Instituto Nacional de Ecología

Libros INE

D. Der

CLASIFICACION AE 628.161 M495-12

LIBRO Manual de análisis de agua potable.
Secretaría de Salubridad y Asistencia

TOMO



AE 628.161 M495-12



SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA

SUBSECRETARIA DE MEJORAMIENTO DEL AMBIENTE

DIRECCION GENERAL DE INVESTIGACION DE LOS EFECTOS DEL AMBIENTE EN LA SALUD

SUBDIRECCION DE COORDINACION DE LABORATORIOS

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS TECNICOS



[illegible] OTABLE

628.161 M495-12
INE-SEMARNAT

1309404
Manual de analisis de agua potable

[illegible] 1982

1-57

SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA

SUBSECRETARIA DE MEJORAMIENTO DEL AMBIENTE

DIRECCION GENERAL DE INVESTIGACION DE LOS EFECTOS DEL AMBIENTE EN LA SALUD

SUBDIRECCION DE COORDINACION DE LABORATORIOS

Dr. Mario Calles López Negrete
Secretario de Salubridad y Asistencia

Dr. y Lic. Manuel López Portillo y Ramos
Subsecretario de Mejoramiento del Ambiente

Dr. Guillermo S. Díaz Mejía
Director General de Investigación de los Efectos del Ambiente en la Salud.

Sra. Ma. Elena López Portillo de Rojas
Asesora del Laboratorio de la Subsecretaria de Mejoramiento del Ambiente

Dr. J. Alfredo Villacorta Argáez
Subdirector de Coordinación de los Laboratorios

Ing. Sergio Becerra Winckler
Jefe del Departamento de Laboratorio de Agua

Personal Profesional y Técnico del Departamento de Agua del Laboratorio Central de Análisis de Contaminantes Ambientales.

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS TECNICOS.

PROLOGO.

Con la elaboración de este manual de procedimientos técnicos se satisface la necesidad que existe dentro de la Subsecretaría de - Mejoramiento del Ambiente, de establecer guias que normen las — metodologías analíticas en el Laboratorio Central de Análisis de Contaminantes Ambientales.

El esfuerzo desarrollado por todos los trabajadores del Laboratorio Central para integrar estos manuales de técnicas en el Departamento de Agua, en el Departamento de Aire y en el Departamento de - Especímenes Biológicos, es labor creativa que trancenderá en el -- Campo Científico.

Hago votos porque estos documentos sean usados como guías y - consultas en el trabajo diario del profesional y del técnico de nuestro Laboratorio.

Dr. Manuel López Portillo y Ramos
Subsecretario de Mejoramiento del Ambiente.

Ad. Hoc

628.161
M495-12

[illegible]

MANUAL DE ANALISIS

DE

AGUA POTABLE

I N D I C E

TECNICAS DE MUESTREO Y EQUIPO PARA AGUA POTABLE

Muestreo, es el proceso de recolección de una pequeña parte del total de un cuerpo de agua, de tal manera que la muestra sea representativa del carácter y calidad de la masa de la cual se tomó.

En el caso de muestras para análisis fisicoquímicas el muestreo se hará tomando muestras simples instántaneas. La muestra simple instantanea consiste en tomar una sola muestra, por lo cual representará unicamente la concentración de los constituyentes del agua en ese momento.

Para que este tipo de muestra se considere representativa de una gran masa de agua es necesario tomar en cuenta factores como homogeneidad del cuerpo de agua, número de sitios muestreados, tamaño de la muestra y método de recolección.

CRITERIO PARA LA TOMA DE MUESTRA

La muestra de agua se deberá tomar en donde exista un flujo Turbulento que asegure una calidad uniforme en la muestra.

1 Para el caso de pozos y tanques elevados se dejar fluir el agua de 5 a 10 min. con el fin de desalojar el agua estacionada en la tubería y evitar así una posible contaminación. Posteriormente se recoge la muestra en un recipiente limpio.

2 Para el caso de recipientes diversos, como pueden ser los tanques, la muestra de agua se deberá tomar en un frasco de vidrio ó de plástico limpio en la línea de salida del recipiente y abajo del nivel para evitar contaminaciones.

3. Para canales colectores se deberá usar frascos de vidrio ó de plástico, tomando la muestra a la mitad del área de flujo para evitar contaminaciones, procurando un flujo homogeneo.

PREPARACION DE ENVASES

Los envases deben estar limpios y debidamente identificados. La limpieza de los envases puede hacerse con mezcla crómica ó con un buen detergente, cuidando de enjuagarlo bien. Si esto no es posible bastará con lavar los envases numerosas veces con agua limpia y luego enjuagarlos con el agua que se va a muestrear.

La mediciones que se realizan en campo son temperatura, pH y cloro residual utilizano equipo Hach.

IDENTIFICACION DE LA MUESTRA

En la del envase y en la hoja de control de datos, deberá especificarse lo siguiente:

1. En la etiqueta
   Lugar de muestreo.
   Fecha y hora.
   Número de muestra.
   Análisis requeridos.

2 En la hoja de control e información de campo.
   Número de muestra
   Lugar de toma de muestra
   Fecha
   Hora
   Temperatura
   pH
   Cloro residual.

Color

Olor

Análisis requeridos

Refrigeración

Observaciones

Nombre del responsable.

MANEJO Y TRANSPORTE DE LAS MUESTRAS

En muestras para análisis fisicoquımicos, cuidar que los reci-- pientes que las contengan estén perfectamente cerrados para evi- tar pérdida de muestra y es necesario mantenerlas en hielo el - tiempo que dure su transporte al laboratorio.

C O L O R

El color en aguas naturales es producto de la presencia de sales metálicas, materia orgánica, así como plancton y otros materiales suspendidos o disueltos.

Las aguas que contienen coloración debida a sustancias naturales en descomposición, no son consideradas tóxicas ó perjudiciales pero sí la coloración es visible, se rechazará para consumo humano.

El color puede expresarse como color "aparente" ó "verdadero" el color aparente incluye no solamente al color debido a sustancias en solución sino también al debido a la materia suspendida.

El color verdadero es el que se determina usualmente después de filtrar ó centrifugar la muestra.

La medición del color se basa en los estandares recomendados por la APHA y que se fundamentan en la unidad de color que es el producido por 1.0 mg/l de platino como ión cloroplatinato.

REACTIVOS

a) Solución Patrón de Cloroplatinato.

Disolver 1.246 g de cloroplatinato de potasio $K_2Pt\ Cl_6$ y 1.0 g de cloruro de cobalto cristalizado $CoCl_6 \cdot 6H_2O$ en agua destilada con 100 ml de Hcl conc., diluyendo a 1000 ml. con agua destilada. Esta solución tiene un color de 500 unidades

b) Preparar estandares diluyendo volumenes apropiados de la solución patrón con agua destilada.

APARATO

a) Espectrofotómetro con banda espectral restringida y rango efectivo de operación de 400 a 700 mu.

b) Centrífuga convencional.

PROCEDIMIENTO

1 Calibración del aparato.

Es usual que cada aparato según la casa fabricante incluye su manual de operación, el cual se basará ya sea en curvas precalibradas ó en curvas de calibración que se preparen en el laboratorio.

2 Medición del color.

a) La muestra se prepara separando la turbiedad por medio de una centrífuga. El tiempo requerido para centrifugación dependerá de la naturaleza de la muestra, la velocidad y el radio de la centrífuga. No se recomienda un tiempo mayor de 1 hora de centrifugación.

b) Vacie la muestra centrifugada en la celda del aparato y proceda a leer color verdadero en la escala precalibrada ó en la curva de calibración reportando en unidades de color.

INTERFERENCIAS

La interferencia principal en la medición del color del agua es la turbiedad por producir un color aparente más alto que el color verdadero.

NORMA NACIONAL

La Norma Nacional marca un máximo en color verdadero de 10 U.C.

CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

La conductividad eléctrica es una medición de la capacidad del agua para conducir la corriente eléctrica.

Dicha capacidad es inherente a la cantidad de moléculas disociadas y las cuales son función de la concentración de la solución

Las soluciones, al igual que los conductores metálicos, obedecen a la Ley de Ohm, exceptuando en voltajes muy elevados y corrientes de frecuencia muy alta.

La conductividad esrá dada por la siguiente ecuación:

$$Ce = \text{Conductividad específica} = \frac{K}{R}$$

En donde Ce es la conductividad de la solución, K es la constante de la celda del conductimetro y R es la resistencia en ohms de la muestra a 25°C.

La conductividad de las aguas es muy baja y se expresa en micromhos/cm.

Como la conductividad depende de la temperatura de la solución, la mayoría de los aparatos existentes en el mercado cuentan con

compensadores de temperatura, para ajustar la lectura de la conductividad a la temperatura de referencia.

La importancia de este parámetro es que es un indicador de la pureza del agua; da también una idea de las concentraciones de los minerales disueltos en las aguas y en aguas de irrigación la conductividad expresa salinidad.

REACTIVOS

a) Solución estandar de cloruro de potasio 0.01 M.
   Se prepara por disolución de 745.6 mg de cloruro de potasio anhidro en agua bidestilada hervida recientemente y llevada a 1000 ml a 25°C. Esta solución tiene una conductividad - - electrica de 1,413 micromhos/cm a 25°C. Es satisfactoria para la mayoría de las aguas cuando se usan aparatos con una constante de celda entre 1 y 2.

APARATOS

a) Puente de Wheatstone, con el que se pueden efectuar lecturas con una precisión de ± 5% en muestras de agua potable, superficial, salinas, desechos domésticos e industriales.

b) Celda de conductividad específica, conteniendo electrodos construidos con metales comunes duraderos (como acero inoxidable entre otros), los cuales pueden usarse tanto en monitoreos continuos, como en trabajos de campo.

c) Termómetro.

PROCEDIMIENTO

a) Tomar en un recipiente un volumen de agua suficiente para cubrir casi totalmente el electrodo, agitando la celda para excluir las burbujas de aire y alcanzar también el equilibrio en la lectura.

b) Mida la temperatura de la muestra y lleve el control de temperatura, al valor leído.

c) Encienda el aparato y lea en la escala correspondiente conductividad eléctrica en micromhos/cm.

MANEJO Y CONSERVACION DE LA MUESTRA

Se recomienda un volumen de 100 ml almacenado en recipiente de vidrio ó plástico durante un tiempo no mayor de 24 hrs. a una temperatura de 4°C.

POTENCIAL DE HIDROGENO

pH

El pH es un término que se usa para definir en que condiciones de acidez o alcalinidad se encuentra una solución.

El pH es el logaritmo de la recíproca de la concentración del ión hidrógeno, en moles por litro, El pH se utiliza en el cálculo de carbonato, bicarbonato y bioxido de carbono, así como para determinar índices de corrosión o estabilidad y en el control de procesos de tratamiento de agua, químicos o biológicos.

La escala del pH comprende del 0, fuertemente ácido al 14 fuertemente alcalino, con valor medio de 7 que indica neutralidad a 25°C.

La determinación del pH se efectua por dos métodos, colorímetrico o electrométrico. El método colorímetrico requiere de una menor inversión inicial, pero esta sujeto a graves interferencias, como el color, turbiedad, sales en exceso, cloro libre y agentes oxidantes y reductores; por esta razón es recomendable el segun-

do método que utiliza basicamente, un potenciometro con un electrodo de vidrio y otro de calomel como electrodo de referencia, teniendo como principal interferencia altas concentraciones de sodio.

METODO COLORIMETRICO

Por medio de la técnica colorímetrica no se obtienen valores muy exactos, ya que los indicadores al desarrollar una coloración característica indican unicamente la zona en que se encuentra el pH.

Para efectuar determinaciones colorímetricas del pH se requiere fundamentalmente un juego de soluciones amortiguadoras, un indicador o serie de indicadores cuyo márgenes se sobrepongan y un aparato para comparar colores.

METODO ELECTROMETRICO

Se reconoce al electrodo de hidrógeno como patrón primario en la determinación del pH, aunque se utiliza en la actualidad ampliamente el potenciometro con un electrodo de vidrio y otro de calomel como electrodo de referencia.

El electrodo de referencia asume un potencial constante, en - tanto que el de medición (electrodo de vidrio), genera un potencial que depende del pH de la muestra. Esta diferencia de potencial sensible al pH, es amplificada y medida sobre una - escala preparada, tanto para medir pH como la fuerza electromotríz en milivolts producida en la cadena electroquímica.

PROCEDIMIENTO

Aunque pueden existir algunas diferencias en el manejo de un potenciometro según la casa fabricante, el siguiente procedimiento es aplicable en general a la mayoría de los aparatos encontrados en el comercio.

1 CALIBRACION

a) Se enjuaga los electrodos con 15 ml. aproximadamente de la - solución estandar, la cual será de un pH aproximado al de la muestra.

b) Se lleva el corrector manual térmico al valor de la temperatura de la solución estandar.

c) Se introducen los electrodos en la solución estandar y se mue

ve el botón de comando hasta la posición de pH

d) Se ajusta la aguja del medidor al valor de pH de la solución estandar, según temperatura.

e) Se regresa el botón de comando a la posición de apagado.

f) Se enjuagan los electrodos con agua destilada y se secan - con papel suave.

MEDICION DEL pH

a) Se lleva el corrector manual térmico al valor de la temperatura de la muestra.

b) Se introducen los electrodos en la muestra y se pone el - botón de comando en la posición de pH.

c) Se lee el pH de la muestra, esperando a que el electrodo de vidrio alcance el equilirbio (30 seg.)

d) Regresar el botón de comando a la posición de apagado.

e) Se enjuagan los electrodos con agua destilada y se secan - con papel suave.

NORMA NACIONAL

El pH para agua potable se debe encontrar entre 6 y 8, considerándose dicho rango tanto para aguas naturales, como para aguas tratadas.

S O L I D O S

Los sólidos se definen como la materia que permanece como resi-- duo después de evaporar y secar a 103-105°C una muestra de agua.

Debido a la amplia variedad de materiales inorgánicos y orgáni- cos encontrados en los análisis para sólidos, las pruebas son de carácter empírico y por lo tanto las determinaciones de sólidos no están sujetas a los criterios usuales de exactitud.

La temperatura a la cual se seca el residuo tiene una relación - importante en los resultados, puesto que la pérdida de peso debi do a la volatilización de la materia orgánica, el agua mecanica- mente absorvida y otros factores dependen de la temperatura y del período de calentamiento.

En casi todas las determinaciones de sólidos se usan métodos -- gravimétricos, en los cuales los resultados finales se obtienen - por medio de la balanza analítica, por lo que debe tenerse cuida- do especial en el tarado del material de porcelana usado en este tipo de análisis.

DETERMINACION DE SOLIDOS TOTALES

Los sólidos totales representan la totalidad del material suspen

dido y disuelto que contiene el agua, y se determina evaporando y secando una muestra a una temperatura definida.

EQUIPO

a) Cápsula de porcelana de 100 ml.

b) Estufa de secado (180°C ± 2°C)

c) Baño maría ó estufa de secado.

d) Desecador.

e) Balanza analítica.

f) Mufla.

PROCEDIMIENTO

a) Se lleva a ignición la cápsula de porcelana a 550 ± 50°C por 1 hora en mufla.

b) Enfrie, deseque, pese y coloque en desecador hasta que se use.

c) Transferir el volumen de muestra adecuado a la cápsula ya pesada y evaporar a sequedad en baño María o estufa de seca-

do. El volumen de agua debe contener entre 25 y 250 mg. de sólidos. Auxiliese con el valor de conductividad. Si se evapora en estufa de secado la temperatura debe ser menor a la temperatura de ebullición para prevenir pérdidas por proyecciones.

d) Secar la muestra evaporada 1 hora a 103-105°C.

e) Enfriar en desecador y pesar.

f) Repetir el ciclo de secado a 103-105°C, desecado y pesado - hastar obtener peso constante.

CALCULO

mg/l de sólidos totales

$$= \frac{(A-B) \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

En donde:

A = Peso de la muestra + peso de la cápsula.

B = Peso de la cápsula.

INTERFERENCIAS

Se deben excluir partículas de gran tamaño flotantes y materiales no homogéneos de la muestra. Dispersar perfectamente en toda la muestra partículas de aceite y grasas.

NORMA NACIONAL

La norma nacional marca un rango entre 500 y 1000 mg/l de sólidos totales en aguas potables.

SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES

Los sólidos suspendidos son aquellos materiales que pueden ser retenidos en discos de fibra de vidrio después de la filtración y se determinan secando dichos sólidos a los 103-105°C.

Su importancia radica fundamentalmente en la determinación de - la eficiencia de plantas de tratamiento ya que tienen una correlación directa con la turbiedad.

EQUIPO

a) Crisol Gooch de 50 ml de porcelana.

b) Estufa de secado

c) Mufla

d) Desecador

e) Bomba de vacío

f) Balanza analítica

g) Discos de fibra de vidrio.

PROCEDIMIENTO

a) Colocar el disco de fibra de vidrio en el fondo de un crisol Gooch y aplicando vacío lavar el disco con 3 porciones sucesivas de agua destilada. Trasladar el crisol Gooch a la es-tufa de secado a 103 - 105 °C por 1 hora. Colocar en desecador el tiempo necesario para enfriar, pesar inmediatamente y volver a colocar en el desecador hasta que se use.

b) Tomar un volumen de muestra que no contenga más 200 mg de sólidos suspendidos. (la muestra deberá estar bien mezclada) y filtrar bajo vacío en el crisol ya preparado. Trasladar el crisol a la estufa de secado a 103 - 105°C por 30 min. cuando menos, enfriar en desecador y pesar. Repetir el ciclo de secado hasta obtener peso constante.

C A L C U L O

mg/l de sólidos suspendidos totales

$$= \frac{(A - B) \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

En donde:

A = Peso de Sólidos Suspendidos + Peso de Crisol.

B = Peso de crisol.

SOLIDOS DISUELTOS

En aguas potables la mayoría de la materia esta en forma disuelta y consiste principalmente en: sales inorgánicos, pequeñas -- cantidades de materia orgánica y gases disueltos.

Los sólidos disueltos se pueden determinar a partir de la conductividad eléctrica, por el uso de un factor empírico, en una for- aproximada ó bien por diferencia entre los resultados obtenidos en las determinaciones de sólidos totales y sólidos suspendidos de acuerdo a la siguiente fórmula:

mg/l de sólidos disueltos =

mg/l de solidos totales - mg/l de solidos suspendidos

T U R B I E D A D

La turbiedad es una expresión de la propiedad óptica que causa que en una muestra de agua la luz se desvíe ó absorba en lugar de transmitirse en línea recta.

La turbiedad en el agua es debida a la presencia de partículas de material suspendido, tales como arcilla, limo, materia orgánica e inorgánica finamente dividida, plancton y otros organismos microscópicos.

La turbiedad es de gran importanica ya que en cuerpos de agua superficiales, reduce la penetración de luz, transtornando de esta manera los procesos biológicos que se llevan a cabo en ellos. Cuando los valores de turbiedad alcanzan valores de 200 unidades ó más, se pone en peligro el sistema ecológico.

En el caso de aguas potables, turbiedades mayores de 5 unidades son detectables visualmente, lo cual provoca recelo en el consumidor; paralelamente, las partículas de turbiedad sirven de escudo a microorganismos contra los agentes desinfectantes, aumentando con ello el costo de los tratamiento bacteriológicos.

Para determinar turbiedad en agua potable se recomienda el método Nefelométrico, el cual es aplicable en un rango de 0 a 1000

unidades de turbiedad. El método se basa en la comparación de la intensidad de la luz desviada por la muestra y la de una suspensión patrón de referencia.

Los patrones de comparación se preparan a partir de una solución standard de formazina, la cual equivale a 40 unidades de turbiedad.

REACTIVOS

a) Suspensión madre de turbiedad

a.1) Disolver 1.0 g de sulfato de hidrazina $(NH_2)_2 \cdot H_2SO_4$ en agua destilada, diluyendo a 100 ml en matraz volumétrico.

a.2) Disolver 10.0 g de hexametilentetramina, $(CH_2)_6 N_4$, en agua destilada, diluyendo a 100 ml en matraz volumétrico.

a.3) En un matraz volumétrico mezclar 5.0 ml de la solución a.2 Reposar la mezcla 24 hrs. a 25±3°C y diluir a la marca. Esta suspensión tiene una turbiedad de 400 unidades. Las soluciones a.1 y 1.2 y la suspensión a.3 deberán prepararse mensualmente, con agua libre de turbiedad.

b) Suspensión standar de turbiedad

Diluir 10.0 ml de la suspensión madre de turbiedad a 100 ml con agua libre de turbiedad. La turbiedad de esta suspensión es de 40 unidades, debiéndose preparar semanalmente.

c) Patrones diluídos de turbiedad

Diluir volumnes de la suspensión standar de turbiedad con agua libre de turbiedad según se requiera. Preparar semanalmente.

APARATO

a) Nefelometro

Existen aparatos en el mercado con rangos de medición de 0 a 1000 unidades y sensibilidad de 0.01 unidades, los cuales son aplicables con excelente precisión a aguas potables.

PROCEDIMIENTO

1 Calibración

Usualmente deben seguirse las instrucciones de operación del fabricante, ya sea que se deban preparar curvas de calibración en

el laboratorio ó de que el aparato cuente con escalas precalibradas,

2 Medición de la turbiedad

a) Agite la muestra para dispersar los sólidos presentes. Espere a que las burbujas de aire desaparezcan.

b) Vierta la muestra en el tubo del turbidímetro y lea el valor de turbiedad en la escala directamente ó en la curva de calibración, reportando unidades de turbiedad, NTU.

INTERFERENCIAS

La presencia de partículas de rápida sedimentación causan lecturas bajas.

Se deben evitar burbujas de aire, así como vibraciones para evitar lecturas erróneas.

El color verdadero puede deberse a sustancias que absorben luz, lo cual causa lecturas pequeñas.

NORMA NACIONAL

La norma nacional marca una turbiedad máxima de 5 unidades para agua potable.

A L C A L I N I D A D

La alcalinidad se debe a los componentes de bicarbonato, carbonato e hidróxido de una agua natural o tratada.

Los bicarbonatos representan la principal forma de alcalinidad

Esta puede ser determinada por titulación con una solución valorada de un ácido mineral fuerte a los puntos sucesivos de equivalencia del bicarbonato y el ácido carbónico por medio de indicadores o electronicamente.

Esta determinación es útil para calcular productos químicos requeridos en tratamientos de agua naturales.

La norma para la alcalinidad total en agua potable es de 400 ppm expresada en términos de $CaCO_3$ (Carbonato de Calcio)

Para abastecimiento público las aguas altamente alcalinas no son aceptables, teniendo que ser sometidos a un tratamiento previo.

REACTIVOS

a) Indicador de Fenolftaleína.

o isopropílico al 95% agregándose 500 ml de agua destilada. Se agrega sosa 0.02 N a gotas hasta la aparición de una muy ligera coloración rosa.

b) Indicador de Anaranjado de Metilo.

Se disuelven 0.5 g de anaranjado de metilo en un litro de agua destilada.

c) Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N.

Se disuelven 25 g de $Na_2S_2O_3$ $5H_2O$, en 1 litro de agua destilada recien hervida.

d) Acido Sulfúrico o Acido Clorhídrico valorado 0.02 N.

Se prepara una solución madre aproximadamente 0.1 N diluyendo a un litro 8.3 ml de Hcl conc. ó 2.8 ml de H_2SO_4conc. Si se diluyen 200 ml de la solución madre 0.1 N a un litro con agua -- destilada excenta de CO_2y se titula el ácido 0.02 N, con una - solución de Carbonato de Sodio que se ha preparado previamente por dilución de 1.60 g de Carbonato de Sodio anhidro (Na_2CO_3) calidad de patrón primario secado en la estufa a 140°C y lle-- vando a 1 litro con agua destilada excenta de CO_2 . Se verifica la titulación exactamente como una titulación típica de alcalinidad usando idénticos volúmenes de solución final, tiosulfato de sodio, indicadores de fenolftaleina y de alcalinidad -

total y el mismo intervalo de tiempo como en la determinación de la muestra.

PROCEDIMIENTO

Medir con una pipeta volumetrica de 50 ml, la muestra, colocarla en un matraz erlenmeyer de 250 ml.

ALCALINIDAD A LA FENOLFTALEINA

Se agregan 2 gotas de fenolftaleina a la muestra, y se titula sobre una superficie blanca con el ácido valorado 0.02 N, hasta que desaparezca el color rosa quedando totalmente incolora.

ALCALINIDAD TOTAL

Se puede determinar en la misma muestra que se tomó para la alcalinidad a la fenolftaleina tomando en cuenta la lectura inicial agregando 2 gotas de indicador de anaranjado de metilo y titular con el ácido hasta obtener una vire a color canela.

CALCULOS

$$\text{Alcalinidad a la fenolftaleina como mg/l de } CaCO_3 = \frac{\text{ml de ácido valorado x N del ácido x 5000}}{\text{ml muestra}}$$

Alcalinidad total como mg/l de $CaCO_3$ $= \dfrac{\text{ml totales de ácido valorado X N del ácido x 5000}}{\text{ml muestra}}$

Para los cálculos deberá tomarse en consideración la siguiente tabla:

Resultado de Titulación.	Hidróxido (alcalinidad como $CaCO_3$)	Carbonato (alcalinidad como $CaCO_3$)	Bicarbonato (a calinidad como $CaCO_3$)
F = 0	0	0	T
F 1/2 T	0	2F	T - 2F
F = 1/2 T	0	2F	0
F 1/2 T	2F - T	2(T-F)	0
F = T	T	0	0

F = Alcalinidad a la fenolftaleina

T + Alacalinidad total.

C L O R U R O S

Los cloruros son aniones que estan presentes en el agua en diversas concentraciones y normalmente se incrementan con el contenido mineral. En las montañas y tierras elevados los abastecimientos de agua son bajos en cloruros, las aguas de los ríos y de los abastecimientos subterráneos generalmente tienen una concentración mayor. En comparación con los casos anteriores, las aguas de los mares y oceános tienen una concentración más elevada por contener los residuos resultantes de la evaporación parcial de las aguas naturales que fluyen hacia ellos.

El aumento de cloruros se lleva a cabo de diferentes modos. El agua tiene un gran poder solvente, disolviendo los cloruros de los suelos y de las formaciones subterráneas.

Por acción del viento y del oleaje se elevan minúsculas gotitas que son acarreadas tierra adentro, provocando la formación de pequeños cristales de sal como resultado de la evaporación del agua. Estas fuentes constantemente aumentan los cloruros tierra adentro, en donde se depositan. Debido a su mayor densidad las aguas salinas de mareas y oaceános, fluyen río arriba mezclándose con las aguas dulces de estas corrientes receptoras.

Si existen grandes abastecimientos de agua cercanos a las costas, hay un balance hidrostático entre ellos y el agua de mar. Si un yacimiento se bombea en exceso produce una diferencia hidrostática en favor del agua de mar, favoreciendo una intrusión de agua salina.

La excreta humana, particularmente la orina, contiene cloruros en cantidad aproximadamente igual a la consumida en la alimentación, la cantidad promedio es de casi 6 g por persona al día, - incrementándose casi hasta 15 mg/l en las aguas residuales.

Las descargas industriales elevan mucho la cantidad de cloruros.

Los cloruros es proporciones razonables no son dañinos a la salud, en concentraciones superiores a 250 mg/l dan sabor al agua siendo desagradable para el consumo humano. Debido a esto se recomienda un límite de 250 mg/l de cloruros para el uso público. En algunas partes del mundo donde los abastecimientos de agua - son escasos, se llegan a tener concentraciones de 2000 mg/l para uso doméstico. Altas concentraciones de cloruros aceleran la corrosión en los reactores, calentadores etc. Además de que interfieren en procesos industriales como refinación del azúcar,- envasado de alimentos congelados etc.

METODO DE MOHR

Principio: En una solución neutra ó ligeramente alcalina, se -- puede usar el cromato de potasio para indicar el vire en la titulación de cloruros con nitrato de plata. Se precipita cuantitativamente el cloruro de plata antes de que se forme el cromato de plata rojo.

Interferencia: No interfieren las substancias que comunmente se encuentran en aguas potables. Los bromuros, yoduros y cianuros se registran en concentraciones equivalentes al cloruro. Interfieren los iones sulfuro, tiosulfato y sulfito; sin embargo, el sulfito se puede eliminar por tratamiento con peróxido de hidrógeno en solución alcalina. En exceso de 25 mg/l, el ortofosfato interfiere por su precipitación como fosfato de plata. En exceso de 10 mg/l, el hierro interfiere enmascarando el vire.

REACTIVOS

1 Agua excenta de cloruros: Si en necesario, se elimina cual-- quier impureza de cloruro del agua destilada por redestila-- ción en un alambique íntegro de cristal pyrex, ó por paso a través de un lecho mixto de resinas de permutación iónica.

2 Indicador de cromato de potasio: Se disuelven 5 g de - K_2CrO_4 en un poco de agua destilada. Se agrega solución de nitrato de plata hasta que se forma un precipitado rojo definido. Se deja reposar por 12 horas, se filtra y se diluye el filtrado a un litro con agua destilada.

3 Solución valorada de nitrato de plata 0.0141 N. Se disuel-- ven 2.396 g de $AgNO_3$ en agua destilada y se diluye a 1000 ml Se titula con NaCL 0.0141 N, por el procedimiento que se - - describe posteriormente en titulación. La solución valorada de nitrato de plata, exactamente 0.0141 N, equivale a - - - 0.500 mg de Cl por 1.00 ml.

4 Solución valorada de cloruro de sodio, 0.0141 N. Se disuel- ven 0.8241 g de Na Cl, de calidad ACS, previamente secado, en agua destilada y se diluye a 1000 ml. Esta solución con- tiene 0.500 mg de Cl por 1.00 ml.

5 Reactivos especiales para la eliminación de interferencias

a) Suspensión de hidróxido de aluminio: Se disuelven 125 g de alumbre de potasio ó de amonio, $K_2AL_2(SO_4)$ 24 H_2O ó $(NH_4)_2$ $Al_2(SO_4)_4$ $24H_2O$, en un litro de agua destilada. Se calienta a 60°C y se agregan lentamente, con agitación, 55 ml. de - NH_4OH conc. Después de dejar reposar por 1 hora, se pasa la

mezcla a un envase más grande y se lava el precipitado con agua destilada, a través de adiciones sucesivas, mezclado y decantado, hasta que se encuentre libre de cloruros. Recién preparada la suspensión ocupa un volumen aproximado de 1 litro.

b) Indicador de fenolftaleína. Se disuelven 5 g de fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico ó isopropílico al 95% y se diluye con 500 ml de agua destilada. Se agrega solución de hidróxido de sodio hasta una débil coloración rosa.

c) Solución de hidróxido de sodio, IN. Se disuelven 40 g de NaOH en agua destilada y se diluye a 1 litro.

d) Solución de ácido súlfurico, IN. Se agregan con agitación constante, 28 ml de H_2SO_4 conc, con todo cuidado, a agua destilada y se diluye a 1 litro.

e) Peróxido de hidrógeno, al 30%

PROCEDIMIENTO

1 Se usa una muestra de 100 m ó una porción alícuota apropiada, diluida a 100 ml.

2 Si la muestra se encuentra altamente colorida, se agregan 3 ml de suspensión de Al $(OH)_3$, se mezcla, se deja sedimentar, se filtra y se lava, combinando el filtrado y los lavados.

3 Si la muestra contiene sulfuro ó tiosulfato, se alcaliza a - la fenolftaleían, con solución de hidróxido de sodio. Se - - agrega 1 ml de H_2O_2 y se agita. Se neutraliza con ácido súlfurico.

4 Titulación. Se pueden titular directamente las muestras con pH en el ámbito de 7-10. Las muestras que no se encuentran - dentro de estos límites se ajustan con solución de ácido sulfúrico ó de hidróxido de sodio. Se agrega 1 ml del indicador de K_2CrO_4.

Se titula con la solución valorada de nitrato de plata hasta un vire amarillo rojizo. Se dejar al criterio del analista - individual el medio de definición del vire.

Al titularse la solución de nitrato de plata, se determina el gasto de reactivo para un testigo, siguiendo el método de titulación descrito. Un gasto de 0.2 a 0.3 ml para testigo, es usual en este método.

C A L C U L O

$$\text{mg/l de Cl} = \frac{(\text{ml de } AgNO_3 \text{ p/mtra.} - \text{ml de } AgNO_3 \text{ p/test.}) \times \text{normalidad del } AgNO_3 \times 35460}{\text{ml de muestra}}$$

Norma Nacional

La Norma Nacional establecida para aguas potables en Cloruros es 250 mg/l.

D U R E Z A   T O T A L

Se define como una característica del agua que representa la concentración total de iones Calcio y Magnesio, expresados - bajo la forma de Carbonato de Calcio; sin emabrgo si se en-- cuentran presentes en cantidades de significación, se deben incluir también los otros iones metálicos polivalentes pro-- ductores de Dureza como Hierro, Aluminio, Manganeso, Estroncio y Zinc.

La norma para Dureza Total establecida es de un máximo de - 399 ppm en términos de $CaCO_3$.

Un alto contenido de Dureza en el agua no perjudica a la - salud pero ocasiona problemas en la industria por las incrustaciones que forma en equipo donde se trabaja con incremen-- tos de temperatura.

REACTIVOS

a) Solución Amortiguadora.

Disolver 16.9 g. de Cloruro de Amonio (NH_4Cl) en 143 ml de - hidróxido de amonio conc. (NH_4OH) se agrega 1.25 g de la sal de Magnesio del E.D.T.A. y se diluye a 250 ml. con agua des-

En ausencia de la sal de Magnesio del E.D.T.A. se disuelven - 1.79 de la sal disódica de E.D.T.A. grado analítico del reactivo y 0.78 g de Mg SO_4 H_2O ó 0.644 g de Mg Cl_2 $6H_2O$ en 50 ml de agua destilada.

Esta solución se agrega a la solución preparada con 16.9 g de NH_4Cl disueltos en 143 ml de NH_4OH conc. y se afora a 250 ml agua destilada.

Estas soluciones se deben conservar en recipientes de plástico ó de cristal resistente hermeticamente cerrados y se deben desechar cuando la adición de 2 ml de solución a la muestra, no produzca un pH de 10 ± 0.1 al finalizar la titulación.

b) Inhibidores

En esta determinación se pueden presentar iones interferentes dando por resultado la pérdida del vire o cierto error en su apreciación. Esta interferencia se reduce agregando ciertos - inhibidores a la muestra de agua antes de la titulación con - E.D.T.A.

En el siguiente cuadro se presentan las concentraciones máximas de iones interferentes y los inhibidores adecuados a usar.

CONCENTRACIONES MAXIMAS DE INTERFERENCIAS PERMISIBLES CON LOS DISTINTOS INHIBIDORES

SUBSTANCIA INTERFERENTE	CONCENTRACION MAXIMA DE LA INTERFERENCIA mg/l		
	INHIBIDOR I	INHIBIDOR II	INHIBIDOR III
ALUMINIO	20	20	20
BARIO	*	*	*
CADMIO	*	20	*
ZINC	*	200	*
COBALTO	20	0.3	0 **
COBRE	30	20	0.3
ESTRONCIO	*	*	*
HIERRO	30	5	20
PLOMO	*	20	*
MANGANESO^{2+}	*	1	1
NIQUEL	20	0.3	0**
POLIFOSFATO	-	10	-

* SE TITULA COMO DUREZA.

** INHIBIDOR INUTIL SI SE TIENE PRESENTE LA SUBSTANCIA.

1 INHIBIDOR I

Agregar 0.25 g de NaCN en forma pulverizada a la solución por - titular. Cuando se usa este inhibidor es necesario agregar suficiente amortiguador para regular el pH a 10 ± 0.1 y compensar la alcalinidad adicional resultante de la hidrólisis de Na.

Precaución:

El NaCN es muy peligroso, cuando se use, extremar cuidados. Las soluciones que contengan este inhibidor se pueden arrastrar al drenaje con grandes cantidades de agua siempre que no se tenga ácido presente, porque se desprendería HCN volátil y venenoso.

2 INHIBIDOR II

Disolver 5 g de $Na_2S \cdot 9H_2O$ ó 3.7 g de $Na_2S:5H_2O$ en 100 ml de agua destilada evitándose el contacto con el aire por medio de un tapón hermético de caucho, pues este inhibidor se deteriora por la oxidación del aire.

3 INHIBIDOR III

Se disuelven 4.5 g de clorhidrato de hidroxilamina en 100 ml de alcohol etílico ó isopropílico al 95%.

c) INDICADOR

El colorante negro T es la sal sódica del ácido.

1 -(1-Hidroxi-2-Naftilazo)-5-Nitro-2 Naftol-4 Sulfónico.

Mezclar homogeneamente 0.5 g del colorante y 100 g de NaCL - para preparar una mezcla seca pulverizada.

d) SOLUCION VALORADA EDTA 0.01 M

El grado análitico del reactivo etilen diamino tetracetato de - sodio, también llamado sal disódica del ácido Tetraceticoetilen-dinitrilo (E.D.T.A) ($Na_2H_2C_{10} H_{12} O_8 N_2 \cdot 2 H_2O$) Pesar 3.723 g del polvo seco, disolver en agua destilada y diluir a 1000 ml. titular con la solución valorada de Calcio.

La sal disódica de E.D.T.A. dihidratada (grado técnico) también puede usarse como titulante, disolviendo 4 g de E.D.T.A. en 800 ml, de agua destilada, dejándose reposar por varias días y fil--trandose después. Esta solución se titula con la solución valorada de Calcio, ajustándose la solución para que 1 ml = 1 mg $CaCO_3$

Conservese en frascos de plástico.

e) SOLUCION VALORADA DE CALCIO

Secar el Carbonato de Calcio pulverizado (patrón primario ó reactivo especial con bajo contenido de metales pesados, alcalis y Magnesio) a 105°C durante la noche ó por mayor tiempo. Se pesa 1.000 g en un matraz erlenmeyer de 50 ml, se coloca un embudo en el cuello del matraz y de agrega poco a poco HCl 1+1, hasta que se haya disuelto todo el $CaCO_3$. Se agregan 200 ml de agua destilada y se hierve por unos minutos para expulsar el CO_2. Se enfría se agregan unas cuantas gotas de indicador de rojo de metilo y se ajusta a un calor intermedio anaranjado agregando, según se requiera, NH_4OH 3 N ó HCl 1+1, se pasa cuantitativamente a un matraz aflorado de 1 litro y se diluye hasta el afora. Esta sol. es equivalente a 1.000 mg de $CaCO_3$ por 1.00 ml.

PROCEDIMIENTO

La porción alicuota de la muestra que se tome para la titulación debe consumir menos de 15 ml del titulador. La duración de la titulación no debe exceder de 5 min, contados a partir del tiempo de la adición de la solución amortiguadora.

En una cápsula de porcelana u otro recipiente apropiado, se diluyen 25 ml de muestra a 50 ml con agua destilada.

Agregar 1 0 2 ml de la solución amortiguadora para obtener un pH de 10 a 10.1 si en la titulación no se obtiene un vire preciso de color, generalmente significa que se debe agregar un - inhibidor ó que el indicador se ha deteriorado.

Agregar una cantidad apropiada del indicador en polvo.

Agregar lentamente el titulante, agregando continuamente la -- muestra, hasta que desaparezca de la solución el último tinte rojizo. Con el vire el color de la solución es azul bajo condiciones normales.

Procedimiento para dureza bajas: Para la titulación se toma un volumen mayor de la muestra de 100 a 1000 ml y se agregan cantidades proporcionalmente mayores de amortiguadores, inhibidor e - indicador.

Se debe correr un testigo usando agua bidestilada, destilada ó - desionizada del mismo volumen que el de la muestra, con idénticas cantidades de amortiguador, inhibidor e indicador.

CALCULO

Dureza (EDTA) en mg/l de $CaCO_3$: $\frac{\text{ml de EDTA x 1000 x f}}{\text{ml muestra}}$

C A L C I O Y D U R E Z A C A L C I C A

Cuando el E.D.T.A. ó sus sales se agregan a un agua que contenga tanto Calcio como Magnesio, se combina en primer lugar con el Calcio que se tiene presente. El Calcio se puede cuantificar directamente con el E.D.T.A., cuando el pH se hace suficientemente alto para que la mayor parte del Mg se precipite como hidróxido y cuando se use un indicador que solo se combine con el Calcio. Se dispone de varios indicadores que dan un vire de color cuando todo el calcio ha formado un complejo con el E.D.T.A. a un pH de 12-13

REACTIVOS

Solución de hidróxido de Sodio 1 N.- Se disuelven 40g de NaOH y se diluyen a un litro con agua destilada.

Indicador de Murexida (Purpurato de Amonio). En el vire este reactivo cambia del rosa al púrpura.

Se obtiene una forma estable del indicador, triturando el colorante, en polvo con Cloruro de Sodio (ó Sulfato de Potasio); se prepara 0.2 g de murexida con 100 g de NaCl (ó K_2SO_4) sólido y triturando la mezcla homogeneamente. Cuando se usa el murexida como

indicador es necesario verificar la titulación inmediatamente después de la adición del indicador por ser inestable bajo condiciones alcalinas.

TITULADOR E.D.T.A 0.01 M.

Se puede usar el titulador normal que se prepara como se describió en el método E.D.T.A. para la dureza total.

PROCEDIMIENTO

Se usa una muestra de 50 ml ó una porcíon alícuota más pequeña diluída a 50 ml, para que el contenido de Calcio se encuentre entre 5 y 10 mg.

Se agregan 2 ml de sol. de NaOH 1 N, ó un volumen suficiente para producir un pH de 12-13 se mezcla y se agregan de 0.1 a 0.2g de la mezcla indicadora. Se agrega lentamente el titulante con agitación continua hasta alcanzar el vire debido.

CALCULO

$$\text{mg/l de Ca} = \frac{\text{ml de Titulador EDTA} \times 400.4 \times f}{\text{ml de muestra}}$$

$$\text{Dureza de Calcio, mg/l de } CaCO_3 = \frac{\text{ml de Titulador EDTA X 1000 X f}}{\text{ml de muestra}}$$

Donde:

$$f = \frac{\text{mg de } CaCO_3}{\text{ml titulador EDTA}}$$

F L U O R

Una concentración de 1.0 mg/l aproximadamente de fluor es efectiva para la prevención de caries dental sin ser nociva para la salud.

El fluor se puede encontrar en aguas naturales o dosificado en concentraciones constantes en procedimiento de fluoración.

La norma para fluor es de 1.5 ppm.

La fluorosis se puede presentar cuando hay exceso de fluor en - aguas naturales, cuando es este el caso se debe dar tratamiento para reducir el contenido de fluor a niveles aceptables.

REACTIVOS

a) Solución Spands

Disuelva 958 mg de SPANDS, 2 sodio, (para sulfofenilazo) - 1.8 Hidroxi - 3,6 - Disulfonato de Naftaleno, también llamado 4,5 - Dihidroxi - 3 (para - sulfofenilazo) - 2, 7 ácido naftalendisul

fofenilazo sal trisodio Easttman N. 7309 ó equivalente, en agua destilada y diluir a 500 ml. Esta solución es estable indefinidamente si se proteje de la luz solar.

b) Reactivo Acido de Circonio

Disolver 133 mg de Cloruro de Circonio octahidratado, $Zr\ OCl_2 \cdot 8\ H_2O$ en aproximadamente 25 ml de H_2O destilada. Adicionar 350 ml de HCl conc y diluir a 500 ml con H_2O destilada.

c) Reactivo de acido Circonio - Spands

Mezclar volumnes iguales de solución de SPANDS y reactivo ácido de circonio para formar un solo reactivo el cual es estable por un lapso de 2 años.

d) Solución de Arsenito de Sodio

Disuelva 5 gr de $Na\ As\ O_2$ y diluir a 1 litro con H_2O destilada (tóxica)

1 SOLUCION STOCK DE FLUORUROS

Disolver 221.0 mg de fluoruro de sodio anhidro, NaF, en agua -

destilada y diluir a 1 litro: 1.0 ml = 100 ug F.

2. SOLUCION STANDARD DE FLUORUROS

Diluir 100 ml de solución stock de fluoruro a 1 litro con - agua destilada 1.00 ml = 10.0 ug F.

PREPARACION DE LA CURVA DE STANDARD

Prepare standards de fluoruro dentro del rango de 0 a 1.40 ml/l diluyendo apropiadas cantidades de la solución standard de - - fluoruro a 50 ml con H_2O destilada, adicionar 5 ml de reactivo Spands a cada standar y mezclar bien evitando la contaminación durante el proceso. Calibrar el aparato (espectrofotómetro) a 0.5 con un blanco de reactivos y obtener las lecturas de absorbancia de los standards inmediatamente. Hacer la curva de la -- absorbancia contra mgr/lt de fluoruro.

PRETRATAMIENTO DE LA MUESTRA

Si la muestra contiene cloro residual quitarlo por la adición de 1 gota (0.05 ml) de solución de arsenito de sodio por cada 0.1 mgr/L de Cl y mezclar.

PROCEDIMIENTO

1. Se miden 25 ml de muestra.
2. Se agrega 5 ml de reactivo SPANDS
3. Se pone un blanco de reactivos
4. Se ajusta el aparato con el blanco a 0.5 de absorbancia.
5. Se lee la muestra (absorbancia)
6. Con la lectura de absorbancia se va a la curva de fluor. Absorbancia contra concentración y se leen los mgr/l directamente.

F O S F A T O S

(METODO DEL CLORURO ESTANOSO)

1 DISCUSION

a) Principio.- El principio de este método incluye la formación de ácido molibdofosfórico, el cual es reducido a un complejo intensamente coloreado (azul de molibdeno) por el cloruro estanoso. Este método incrementa grandemente la sensibilidad comparado con el método colorimétrico del ácido vanadomolibdafosfórico. Hacer si es posible una etapa de extracción la cual incrementa la exactitud del método a concentraciones por abajo de 0.1 mg P/lt y reduce la interferencia.

b) Interferencia.- La posibilidad de interferencias es una importante consideración particularmente en aguas de desechos y muestras de agua contaminada.

c) La concentración máxima detectable es cerca de 0.3 ug/lt P.

2 APARATOS

Se requiere un equipo colorimetrico, cuando se emplea la etapa de extracción se emplea un aspirador de seguridad. El espectrofotómetro puede ser usado a 625 um en la medición de extractos de Bencenoisobutanol y 690 mu para soluciones acuosas.

PROCEDIMIENTO

1. Medir una muestra de 50 ml en un matraz erlenmeyer.
2. Adicionar 0.5 ml de H_2SO_4 y 2.5 ml de HNO_3 (se pone un -- blanco).
3. Poner en autoclave durante 15 minutos a 1.5 $lb/pulg^2$.
4. Enfriar a temperatura ambiente.
5. Agregar una gota de fenoftaleína.
6. Agregar lo necesario de NaOH 12 N para que se produzca un - color rojo violeta en la solución.
7. Se netrualiza con ácido Fuerte por gotas hasta que desaparezca el color, (incolora)
8. Se afora a 100 ml con agua destilada en tubo nessler.
9. Se agregan 4 ml de molibdato de Amonio.
10. Se agregan 0.5 ml (8 gotas) de cloruro Estanoso.

La solución toma un color azul, el desarrollo y la intensidad de éste color dependen de la temperatura de la solución final.

11. Después de 10 minutos pero antes de los 12 medir el color - fotométricamente a 690 mu compare con una curva de calibración usando un testigo de agua destilada con los mismos - - reactivos y procedimiento.

REACTIVOS

a) Solución de Acido Fuerte.

Adicionar lentamente 300 ml de H_2SO_4 concentrado a alrede-- dor de 600 ml de agua destilada, cuando esté fría adicionar 4.0 ml. de HNO_3 y diluir a 1 lt.

b) Reactivo I de Molibdato de Amonio.

Disolver 25 gr de $(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} \cdot 4 H_2O$ en 175 ml de H_2O - destilada. Cautelosamente adicionar la solución de Molibdato de Amonio y diluir a 1 lt.

c) Reactivo de Cloruro Estanoso

Disolver 2.5 gr de $SnCl_2 \cdot 2 H_2O$ en 100 ml de glicerol. - Calentar en un baño maría y agitar con agitador para acele-

rar la disolución.

Estos reactivos son estables y ninguna de las dos soluciones requieren preservativos ni almacenamiento especial.

d). Solución Standard para fosfatos

Disuelva en agua destilada 219.5 mgr de fosfato de Potasio monobásico KH_2PO_4 y diluir a 1 lt 1.0 ml = 50 ug de PO_4 - P

Prepare una curva de calibración con volumenes adecuados de la solución estandard de fosfatos aplicando el mismo procedimiento antes mencionado.

CALCULOS

$$\text{mg/lt P} = \frac{\text{mgr P X 1000}}{\text{ml muestra}}$$

H I E R R O

Bajo condiciones reductoras el Hierro es relativamente soluble en aguas naturales y existen en estado ferroso; por la exposición al aire, o por la adición de cloro, el Hierro se oxida al estado férrico y se puede hidrolizar para forma el óxido férrico hidratado insoluble. Esta es la forma en que se encuentra - el Hierro en la mayor parte de las muestras de laboratorio, a no ser que las muestras se tomen bajo condiciones expecíficas para evitar la oxidación.

También se puede encontrar en los estados ferroso ó férrico o ambos a la vez.

El Hierro constituye un inconveniente en el agua potable tratada, bien sea por usos domésticos o industriales, importante un color café en los artículos lavados y mancha los muebles de baño, afectando adversamente el sabor de las bebidas.

El agua que contiene Hierro puede ser amarga ó astringente, la cual depende de la cantidad de Hierro que contenga el agua.

Se recomienda el límite de 0.3 ppm de Hierro y no se debe permitir que se exceda esta cantidad en el agua potable. Este límite

se basa en la posibilidad de eliminarlo, del agua y esta cantidad de Hierro carece de significación toxicológica

DETERMINACION

METODO DE LA FENANTROLINA.

Principio.- El Hierro se disuelve y se reduce al estado ferroso por ebullición con ácido e hidroxilamina, haciéndose reacción - posteriormente con 1,10 fenantrolina, a valores de pH de 3.2 a 3.3. Tres moléculas de fenantrolina forman un quelato con cada atomo de Hierro ferroso para dar lugar a un complejo rojo ana-- ranjado.

APARATOS

1. Cristalería lavada con ácido.

Toda cristalería se debe lavar con HCl conc. y enjuagar con agua destilada, antes de que se use.

2. Equipo Colorímetrico.

Se necesita uno de los siguientes:

a) Espectrofotometro para usarse en 510 m con un trayecto de - luz de 1 cm ó mayor.

No es necesario el calentamiento si se agregan 2 gotas de -HCl conc. al agua destilada.

1 ml de este reactivo es suficiente para 0.1 mg de Fe.

4 Solución Madre de Hierro

Se agregan lentamente 20 ml de H_2SO_4 conc. a 50 ml de agua destilada y se disuelven 0.7022 g de Fe $(NH_4)_2(SO_4)_2$ $6H_2O$. Se agrega a gotas, $KMnO_4$ 0.1 N, hasta que persista un débil color rosa Se diluye hasta 1000 ml. con agua destilada excenta de Hierro y se mezcla. Esta solución madre contiene 0.10 mg de Fe por 1.00 ml.

5 Soluciones Patrón de Hierro

Estas soluciones se preparan el día que se van a usar.

a) Se pipetean 100 ml de la solución madre a un matraz aforado de un litro, se diluye hasta el aforo con agua destilada libre de fierro. Esta solución contiene 0.010 mg de Fierro por 1.00 ml.

b) Se pipetean 10 ml de la solución madre a un matraz aforado de un litro, se diluye hasta el aforo con agua destilada libre de fierro. Esta solución va a contener 0.001 mg de fierro por -

b) Fotometro de filtro con trayecto de luz de 1 cm o mayor - equipado con un filtro verde que tenga su transmitancia máxima cerca de 510 mu.

3 Tubos de Nessler de 100 ml.

REACTIVOS

1. Reactivo de Hidroxilamina.

10 g de NH_2OH 1 + Cl (clorhidrato de hidroxilamina en 100 ml - de agua destilada.

2. Solución Amortiguadora de Acetato de Amonio.

Se disuelven 250 g de $NH_4C_2H_3O_2$ (acetato de amonio) en 150 ml. de agua destilada.

Se agregan 700 ml de Ac. acetico glacial y se diluye a 1 litro.

3 Solución de Fanantrolina.

Se dìsuelve 0.1 g de 1.10 - fenantrolina monohidratada - - - (12 H_8N_2O en 100 ml de agua destilada con agitación y calenta-- miento a 80°C pero que no llegue a hervir. Se debe desechar la solución cuando se obscurezca.

PROCEDIMIENTO

a) Mezclar la muestra y tomar 50 ml con la pipeta volumetrica y pasarla a un matraz erlenmeyer de 250 ml.

b) Se agregan 2 ml de HCl conc. y 1 ml. del reactivo de hidroxilamina, se calienta a ebullición (agregar unas perlas de vidrio) hasta que el volumen se haya reducido a 15 a 20 ml. (si se calcina la muestra disolver con 2 ml de HCl conc. y 5 ml de agua destilada.)

c) Enfriar a la temperatura ambiente y pasar a un matraz aforado de 50 ó 100 ml ó a un tubo nessler.

d) Agregar 10 ml. de solución amortiguadora.

e) Agregar 2 ml de la solución de fenantrolina.

f) Diluir hasta el aforo con agua destilada.

g) Mezclar bien y dejar reposar de 10 a 15 min. para lograr el máximo de desarrollo de color.

f) Leer en el espectrofotómetro a 510 mu

Si las muestras tienen color ó estan turbias se hacen muestras dobles y se efectuan todos los pasos con excepción de la adición de la fenantrolina.

Las lecturas fotometricas de convierten a valores de Hierro por medio de la curva de calibración.

CALCULO

$$\text{Mg/l de Fe} = \frac{\text{mg de Fe} \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

M A N G A N E S O

El Manganeso se encuentra en las aguas como resultado de su disolución en los suelos y sedimentos, y al igual que el Hierro provoca problemas serios en sistemas de abastecimiento de aguas potables. Provoca manchas que varían del color gris al negro.

Se recomienda que la cantidad de Manganeso en el agua potable no exceda de 0.05 ppm.

DETERMINACION

Método del Persulfato.

Principio. La oxidación de los compuestos manganesos solubles por la acción del persulfato, a la forma del permanganato, se verifica en presencia del nitrato de plata.

El color resultante es estable, cuando menos por unas 24 horas, si se tiene exceso de persulfato y no tiene materia orgánica.

Interferencia

Se evita la interferencia que puede producir cantidades como 0.1 g de Na Cl, por la adición de sulfato mercúrico que forma complejos poco disociados, solo pueden estar presentes cantida-

des pequeñísimas de bromuro y yoduro, pueden estar presentes cantidades razonables de materia orgánica si se aumenta el período de calentamiento y si se agrega exceso de persulfato. La concentración mínima determinable es de 0.005 mg de Mn.

APARATOS

1. Equipo colorimétrico, Se necesita uno de los siguientes:

   a) Espectrofotometro para usarse en 525 mu, con un trayecto de luz de 1 cm o más.

   b) Fotometro de filtro. Con un trayecto de luz de 1 cm ó más equipado con un filtro verde que tenga su trasmitancia máxima a 525 mu.

   c) Tubos de Nessler pareados de 100 ml de forma alta.

REACTIVOS

1. Solución madre de Manganeso. Se disuelve 1.8 g de K Mn O_4 en unos 450 ml. de agua destilada, contenida en un matraz erlenmeyer de un litro.

Calentar esta solución por 4-5 horas a 70°-80°C protegiendo la boca del matraz de la entrada de polvo. Se filtra a través de vidrio poroso, lana de vidrio ó filtro de asbesto, y se recoge en un matraz cuidadosamente limpio. Se pasa el filtrado a un -

matraz aforado de 500 ml, se agregan 2 ml de H_2SO_4 como se - enfría a la temperatura ambiente y se diluye hasta el aforo - agua destilada.

La valoración se debe realizar con prontitud, antes de que - cualquier cantidad de Permanganato se descomponga ó se reduzca, y que correspondan el contenido total de manganeso y el valor oxidimétrico. Como la descomposición, con posterioridad a la valoración, no cambia el contenido de Mn de la solución acidulada, los patrones diluídos se pueden preparar en cual-- quier tiempo, tomando como base el valor oxidimétrico inicial, pero en ninguna forma cualquier título oxidimétrico posterior.

2. SOLUCION PATRON

El volumen de la solución madre de manganeso que se necesita - para preparar 1 litro de una solución que contenga 50 mg/l de Mn, es igual a 4.55 dividido por la normalidad de K Mn 04. Se pasa exactamente este volumen, medido con aproximación de 0.1 ml por medio de un bureta, a un vaso ó matraz erlenmeyer 250. Se agregan 5 ml de H_2SO_4 conc. y a continuación a gotas, con - agitación constante, solución de Na HSO_3 hasta que desaparezca el color rojo del K Mn O_4. Se calienta la solución y se hierve suavemente unos minutos para eliminar el exceso de SO_2 Se enfría y se pasa la solución cuantitativamente a un matraz afora

do de 1 litro. lavando el vaso o matraz varias veces con agua destilada. Se diluye a 1000 ml. con agua destilada.

1.00 ml = 0.05 mg de Mn.

3 ACIDO SULFURICO, CONC.

4 ACIDO NITRICO CONC.

5 ACIDO FOSFORICO, 6M Se diluyen 400 ml de H_3PO_4 en 600 ml de agua destilada.

6 SOLUCION DE $AgNO_3$ 0.1 N. Se disuelven 1.7 g de $AgNO_3$ calidad ACS, en 100 ml de agua destilada.

7 PERSULFATO DE AMONIO, Sólido

8 ACIDO PERCLORICO AL 60%

9 SOLUCION DE $NaNO_2$: Se disuelven 5g de Na NO_2 en 95 ml de agua destilada.

10 REACTIVOS ESPECIALES. Para la preparación de la solu-- ción patrón de Manganeso.

11 SOLUCION DE Bisulfito de Sodio: Se disuelven 10 g de MA 1 + SO_3, de calidad analítica, en un volumen de 90 ml de agua destilada Oxalato de Sodio, Patrón primario

PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

ımbito de 0 - 0.5 mg de Mn en 100 ml de la solución final en - ıatraces erlenmeyer de 250 ml se pipetean 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 y 10.0 ml de la solución patrón de Mn. A cada matraz se agregan 25.0 ml de agua destilada, 1 ml de H_2SO_4 conc. 0.5 ml de - - HNO_3 conc , 20 ml de H_3PO_4 6 M, 1 ml de solución de Ag NO_3 y - 1.0 g de $(NH_4)_2S_2O_8$, calentar a ebullición sobre una parrilla con suavidad por 1 min., retirar de la parrilla, agregar 0.2 g de $(NH_4)_2$ S_2O_8, dejar reposar por 1 min y enfriar con una co-- rriente de agua. Transferir cuantitativamente cada solución a un matraz aforado de 100 ml., diluir hasta el aforo con agua - destilada excenta de sustancia reductora y mezclar cuidadosa-- mente. Se mide la absorbancia de cada solución en un colorímetro, utilizando una celda de 5 cm, a una longitud de onda de - 525 mu ó con un filtro verde para longitudes de onda cercanas a este valor, usando como referencia un testigo del reactivo - preparado con 25 ml de agua destilada que se ha sometido a todo el procedimiento analítico. Como una alternativa se puede - usar agua destilada como referencia, pero tal caso, se corrige el valor de la absorbancia de cada patrón, deduciendo la absorbancia del testigo del reactivo, en comparación con el agua - destilada .

De los datos obtenidos se traza la curva de calibración, localizando la absorbancia en función de mg de Mn.

Ambito de 0.2 - 2.0 mg de Mn por 100 ml de la solución final: - se sigue el procedimiento que se especificó anteriormente, pero se usan 5.0, 10.0, 20.0, 30.0 y 40.0 ml de la solución patrón - de Mn y se miden los valores de la absorbancia con celdas de 1 cm.

PROCEDIMIENTO

La muestra debe estar digerida según instrucciones para la de-- terminación de hierro, una vez efectuada, se pipetea a un ma- - traz erlenmeyer de 250 ml una porción de 10.0 ml. u otra alicuota adecuada que contenga 0.05 - 2.0 mg/de Mn. se agregan 25 ml de agua destilada si la porción alicuota es menor de 50 ml se - procede de la manera siguiente:

a) A la porción alicuota menor de 50 ml se le agregan 20 ml de H_3PO_4, 1 ml de la solución Ag NO_3 y 1 g de $(NH_4)_2S_2O_8$ y se continua la ebullición por 10 min, si al finalizar este tiempo aún no se ha clarificado la solución, se agrega a gotas Na HSO_3, para reducir el Mn O_2 y el MNO_4 y se repite la oxidación con persulfato.

Se retira la solución oxidada de la parrilla, agregar una canti

y enfriar con agua corriente a la temperatura ambiente. Se pasa cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 100 ml, -- diluir hasta el aforo con agua destilada y mezclar cuidadosamente. Se pipetean 50 ml de la solución ya preparada, a un segundo matraz aforado de 100 ml, para preparar la solución de referencia. A esta porción se agrega solución de Na NO_2, a gotas, mezclando con cuidado después de cada adición hasta que desaparezca el color del permanganato. No deben necesitarse más de 2 gotas.

Pasar porciones adecuadas de la solución de muestra y de solución decolorada a celdas de absorción de un trayecto óptico adecuado y se determina las absorbancia debida al permanganato en una de las dos formas siguientes:

Se mide la absorbancia de la solución muestra, contra la de la solución decolorada que se usa como referencia, a una longitud de onda de 523 mu ó con un filtro verde que tenga su transmitancia máxima a 525 mu.

Se miden las absorbancias de ambas soluciones; la solución de muestra y la solución decolorada, contra agua destilada a una longitud establecida y se resta la absorbancia de la solución decolorada a la absorbancia de la muestra.

La primera de estas técnicas permite mayor sensibilidad y precisión en presencia de grandes concentraciones de otros iones - -

coloridos, sin embargo, cuando la solución decolorada contiene grandes concentraciones de iones coloridos es imposible ajustar el fotometro a cero de absorbancia ó a 100 % de transmitancia - (no se debe cambiar la apertura de la ranura del espectrofotometro de lo que se use para la preparación de la curva de calibración) En este caso se debe emplear la segunda técnica.

b) En el caso que quiera preparar una solución para la determinación específica de Mn, se mide un volumen adecuado de la muestra problema que contenga 0.02 - 2.0 mg de Mn y se lleva a digestión. Sin embargo sólo se agregan 5 ml de - - -- H_2SO_4 ó $HClO_4$, en vez de 10 ml y se omite la adición del - H_2O_2. Al terminarse la digestión, se enfría la muestra digerida, se agregan 25 ml de agua destilada y se calienta casi a ebullición, para disolver las sales lentamente solubles. Filtrar a través de vidrio poroso, lana de vidrio ó filtro de porcelana para eliminar cualquier turbiedad y lavar el - vaso y filtro con pequeñas porciones de agua destilada. Pasar cuantitativamente el filtrado ó la solución clara a un matraz ernlenmeyer de 250 ml. y diluir a uno 70 ml, y continuar con los pasos descritos en el inciso anterior correspondiente a la porción alicuota menor a 50 ml.

NOTA: Los procedimientos descritos compensan la interferencia - de los iones coloridos en la muestra, pero no corrigen las

impurezas manganosas en los reactivos, aunque no probable que se tengan dificultades por este motivo. Sin embargo se pueden cuantificar estas impurezas llevando dos porciones de agua destilada a través del procedimiento completo de digestión y análisis, con la modificación de no calentar una de ellas después de la adición de persulfato de amonio $(NH_4)_2 S_2O_8$.

La medición de la absorbancia de la solución calentada contra la no calentada, a 525 mu, conduce a una corrección de reactivo que se aplica a la absorbancia de la muestra.

Se determinan los miligramos de manganeso en la solución final a partir de la absorbancia neta, por medio de la curva la calibración apropiada, preparada según indica

CALCULO

a) mg/l de Mn = lectura de mg de Mn X $\frac{1000}{\text{ml de mtra. original.}}$ X $\frac{1000}{\text{ml de alicuota.}}$

b) mg/l de Mn = lectura de Mg de Mn X $\frac{1000}{\text{ml de mtra. original.}}$

N I T R A T O S

El nitrógeno se presenta en el agua en varias formas, dependiendo del nivel de oxidación.

Afecta el contenido de nitrato en agua, el uso de fertilizantes nitrogenados, las descargas de aguas negras y de otros desechos en los ríos y corrientes y otros factores.

La norma para nitrógeno de nitratos en agua potable es de 5 ppm y rara vez se excede.

En cantidades excesivas los nitratos provocan una enfermedad llamada metahemoglobinemia infantil.

DETERMINACION

Método del fenoldisulfónico

Los nitratos reaccionan con el ácido fenoldisulfónico para producir un nitroderivado, que en solución alcalina se reestructura para formar un compuesto amarillo (sal de diazonio) con características que van de acuerdo con la Ley de Beer.

Debido a que la presencia de cloruros en la muestra reduce los iones nitrato en presencia de ácido, es muy importante que su concentración sea menor de 10 mg/l. Concentraciones mayores a 0.2 mg/l de NO_2 aumentan aparentemente la conc. de nitratos.

La relación de Lambert y Beer se mantiene hasta 2 mg/l de nitrógeno de nitratos cuando se mide la absorbancia a 410 mu y hasta 12 mg/l de N de NO_3 cuando se mide la absorbancia a 480 mu. Estas mediciones se efectuan con celdas de absorbancia de 1 cm de diámetro.

APARATOS

Se puede usar uno de los siguientes:

a) Espectrofotómetro para usarse en 410 mu con una trayectoria de 1 cm o mayor.

b) Fotómetro de filtro, con un trayecto de luz de 1 cm o mayor equipado con un filtro verde que tenga su trasmitancia máxima a 410 mu..

REACTIVOS

1.- Solución patrón de sulfato de plata.-

Se disuelven 4.4 g de Ag_2SO_4 exento de nitrato en agua destilada y diluir a 1 litro; 1.0 ml equivale a 1.0 mg de Cl.

2.- Reactivo de ácido fenoldisulfónico.

Se disuelven 25 g de fenol blanco puro en 150 ml de H_2SO_4 fu-- mante (15% de SO_3 libre) se agita, bien y se calienta por dos horas en baño maría.

3.- Hidróxido de Amonio concentrado.-

Si no se puede usar este reactivo, se prepara una solución - - 12 N de hidróxido de potasio, por disolución de 673 g de KOH en agua destilada, diluir después a 1 litro.

4.- Solución E.D.T.A.

Se trituran 50 g de etilendiaminotetraacetato disódico dihidratado con 20 ml de agua destilada para formar una pasta uniforme humedecida. Se agregan 60 ml de NH_4OH concentrado y se mezcla bien para disolver la pasta.

5.- Solución madre de nitrato.

Se disuelve 0.7218 g de KNO_3 anhidro y se diluye a 1000 ml con agua destilada. Esta solución contiene 100 mg/l de N.

6.- Solución patrón de nitrato.

Se evaporan a sequedad, sobre baño maría, 50 ml de la solu-- ción madre de nitrato; se disuelve este residuo, con 2.0 ml del reactivo de ácido fenildisulfónico y se diluye a 500 ml con agua destilada; 1.0 ml = 0.01 mg de N = 0.0443 mg de - NO_3^-

7.- Reactivos para el tratamiento de interferencias no usuales.

Hidróxido de aluminio: Se disuelven 125 g de alumbre de potasio ó de amonio, $K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ ó $AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ en 1 litro de agua destilada. Se calienta a 60°C y se agregan 55 ml de NH_4 OH concentrado, lentamente y con agitación. Se deja que la mezcla repose por una hora y se pasa a un recipiente de mayor - capacidad para lavar el precipitado por adiciones (con mezclado adecuado) y decantanciones sucesivas, hasta que se encuentre -- exento de amoniaco, cloruro, nitrito y nitrato.

Solución de ácido sulfúrico, 1N. Con todo cuidado se diluyen 28 ml de H_2SO_4 concentrado a litro, con agua destilada.

Permanganato de potasio, 0.1N. Se disuelve 0.316 g de $KMnO_4$ en agua destilada y se diluye a 100 ml.

Solución diluída de peróxido de hidrógeno: Se diluyen 10 ml de peróxido de hidrógeno al 30 por 100 (de bajo contenido de nitrato), calidad ACS, a 100 ml con agua destilada.

Solución hidróxido de sodio, 1N, Se disuelven 40 g de NaOH y se diluye a 1 litro con agua destilada.

c) Procedimiento

1.- Eliminación del color: Si la muestra presenta un color mayor de 10 unidades, se decolora por la adición de 3 ml de suspensión de hidróxido de aluminio a 150 ml de muestra; se agita perfectamente, se deja reposar por unos cuantos minutos y se filtra, desechando la primera porción del filtrado.

2.- Conversión del nitrito: A 100 ml de muestra se agrega 1 ml de H_2SO_4 y se agita. Se agrega a gotas y con agitación, bien sea la solución de $KMnO_4$ ó la de H_2O_2. Se deja reposar la muestra tratada por 15 minutos, para completar la conversión del nitrito a nitrato. (Cuando se usa suficiente $KMnO_4$ persiste una ligera coloración rosa, cuando menos por 15 minutos). Al finalizar la determinación de Nitrato, se aplica

la debida deducción por la concentración del nitrito, según se determine por el método que se describe en la sección de - nitrógeno de nitritos.

3. Eliminación de cloruros: Se determina el contenido de cloruro del agua (consúltese cloruro) y se tratan 100 ml de la - muestra con una cantidad equivalente de solución valorada de sulfato de plata. Se elimina el precipitado de cloruro, bien sea por centrífugación, coagulando por calentamiento el cloruro de plata, si fuera necesario, (Se puede lograr una excelente eliminación de cloruro de plata, dejando que la muestra -- tratada repose duranre la noche, a la temperatura ambiente y lejos de luces intensas. Esto se aplica a muestras libres de contaminación por organismos nitrificantes).

4.- Evaporación y desarrollo de color: Se neutraliza la muestra clarificada a un pH aproximado de 7, se pasa a una cápsula y se evapora a sequedad en baño maría. Se mexcla el residuo perfectamente con 2.0 ml de ácido fenildisulfónico para - asegurar la disolución de todos los sólidos. Si se necesita, se calienta suavemente en baño maría para disolver todo el -- residuo. Se diluye con 20 ml de agua destilada y se agregan, con agitación, uno 6 ó 7 ml de NH_4OH o unos 5 a 6 ml de KOH, hasta que se desarrolle el color máximo. Se elimina cualquier

hidróxido floculento resultante, filtrando con papel filtro o con crisol de filtración, o agregando EDTA, a gotas y con agitación, hasta que se redisuelve el precipitado, Se pasa el filtrado o la solución clarificada a un tubo Nessler de 50 ml de afora y se mezcla.

5.- Las lecturas fotométricas se pueden verificar en celdas que permitan un trayecto de luz de 1 cm o mayor, a una longitud de onde de 410 mu, o con filtros violetas que tenga una transmitancia máxima en el ámbito de 400 a 425 mu. Las lecturas se deben verificar comparando con un testigo preparado -- con los mismos volumenes de reactivos que se usen en la muestra.

6.- Se sugiere, para comparación visual, los siguientes volumenes de solución patrón de nitrato, diluidosa 50 ml: 0.0, 0.' 0.3, 0.5, 0.7, 1.0, 1.5, 2.0, 3.5, 6.0, 10, 15,20 y 30 ml. -- Cuando sea más conveniente usar un volumen total de 100 ml, s(deben duplicar los volumenes de la solución patrón. A cada un(de los patrones se agregan 2.0 ml del reactivo de ácido fenil disulfónico y el mismo volumen del mismo álcali que se use en la preparación de la muestra (NH_4OH ó KOH). Estos patrones se conservan sin deteriorarse, por varias semanas.

C A L C U L O

$$\text{mg/l de N de nitrato} = \frac{\text{mg de N de nitrato} \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

$$\text{mg/l de } NO_3 = \text{mg/l de N de nitrato} \times 4.43$$

51

PROCEDIMIENTO

1. Se miden 25 ml de muestra.
2. Se agrega 5 ml de reactivo SPANDS
3. Se pone un blanco de reactivos
4. Se ajusta el aparato con el blanco a 0.5 de absorbancia.
5. Se lee la muestra (absorbancia)
6. Con la lectura de absorbancia se va a la curva de fluor. Absorbancia contra concentración y se leen los mgr/l directamente.

N I T R O G E N O DE N I T R I T O S

Siendo un paso en el ciclo del nitrógeno, el nitrito se presenta en las aguas como un producto intermedio en los procesos de oxidación ó reducción. En aguas superficiales crudas, las huellas de nitrito indican contaminación. También se puede producir el nitrito en las plantas de tratamiento ó en los sistemas de distribución, como resultado de la acción de bacterias u otros organismos sobre el nitrógeno amoniacal que se dosifica a altas temperaturas en el tratamiento del agua para obtener un cloro residual combinado.

Principio: La concentración del nitrito se determina por la formación de un colorante azoico, de color púrpura rojizo, que se produce a un pH de 2.0 a 2.5 por la copulación del ácido sulfanílico diazotado con el clorhidrato de naftilamina. El método de diazotación es adecuado para la determinación visual del nitrógeno de nitrito en el ámbito de 0.001 a 0.25 mg/l de N; la medición fotométrica es aplicable en concentraciones entre 0.005 y 0.05 mg/l, si se usa un trayecto de luz de 5 cm con un filtro verde; el sistema de color obedece a la ley de Beer en concentraciones hasta de 0.18 mg/l de N ó 0.6 mg/l de NO_2, con

un trayecto de luz de 1 cm. a 520 mu.

Interferencia: Por virtud de su incompatibilidad química, es poco probable que en una muestra coexistan nitrito, cloro libre disponible y tricloruro de nitrógeno. El tricloruro de nitrógeno produce un falso color rojo cuando se sigue el orden normal de adición de los reactivos; aunque este efecto se puede hacer mínimo agregando, primero, el reactivo de clorhidrato de naftilamina y, a continuación, el ácido sulfanílico, aún asi se puede producir una coloración anaranjada cuando se tiene una cantidad importante de tricloruro de nitrógeno, en tales circunstancias es recomendable comprobar el cloro libre disponible y el tricloruro de nitrógeno residual. Por virtud de su precipitación en las condiciones de las prueba, interfieren los iones siguientes, que no deben estar presentes en las muestras férricas mercuroso, plata, bismuto, antimonioso, plomo, aúrico, cloroplatinato y metavanadato. El ión cúprico conduce a resultados bajos al catalizar la descomposición del producto diazotado. No debe haber iones coloridos, que alteren el sistema de color.

Concentración mínima determinable: En ausencia de interferencias la concentración mínima de nitrógeno de nitrito que se puede identificar, en tubos de Nessler de 50 ml, es de 0.001 1 mg/l.

Almacenamiento de las muestras: La determinación se debe verificar en muestras recien tomadas, para obviar la conversión bacteriana de nitrito a nitrato o a amoniaco.

APARATOS

1.- Equipo colorimétrico: Se necesita uno de los siguientes:

a) Espectofotometro, para usarse en 520 mu. provisto de un -- trayecto de luz de 1 cm o mayor.

b) Fotómetro de filtro. con un trayecto de luz de 1 cm o mayor equipado con un filtro verde que tenga su transmitancia máxima en la vencidad de 520 mu.

c) Tubos de Nessler, pareados, de 50 ml. forma alta.

REACTIVOS

Todos los reactivos se deben preparar con substancias de color blanco.

1. Agua exenta de nitrito: Se prepara agua exenta de nitrito - por cualquiera de los métodos siguientes:

a) Se agrega a 1 litro de agua destilada un pequeño cristal de pergamanganato de potasio y otro de un alcalí, como hidróxido de bario ó de calcio (es también un reactivo satisfactorio el reactivo alcalino de permanganato que se usa para la determinación del nitrógeno albuminoideo, agregando 1 ó 2 - gotas a un litro de agua destilada). Se redestila en un - - alambique íntegro de cristal pyrex, desechando los primeros 50 ml. de destilado. Se recoge la porción de destilado que se encuentra exenta de permanganato (Se indica la presencia de permanganato por la coloración amarilla que se tiene con el reactivo de ortotolidina usado en la determinación del - cloro residual.

2. Reactivo de ácido sulfanílico: Se disuelven completamente -- 0.60 y de ácido sulfanílico en 70 ml. de agua destilada caliente, se enfría la solución, se agregan 20 ml. de HCl conc. y se - diluye a 100 ml con agua destilada, mezclándose bien.

3.- Reactivo de clorhidrato de naftilamina. Se disuelven 0.6 g. de clorhidrato de 1-naftilamina en agua destilada, a la que se ha agregado 1.0 ml de HCl conc. Se diluye a 100 ml con agua destilada y se mezcla bien. Después de una semana el reactivo se - puede decolorar o formar un precipitado, pero aún se puede usar,

aunque debe desecharse cuando se afecta su sensibilidad. Es conveniente el almacenamiento en refrigerador para ampliar su vida útil. Se debe filtrar antes de usarlo.

4.- Solución amortiguadora de acetato de sodio 2 M: Se disuelven 16.4 g de CH_3COONa ó 27.2 g de $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ en agua destilada y se diluye a 100 ml, filtrándose si es necesario.

5.- Solución madre de nitrito de sodio: Se disuelven 0.2463 g de $NaNO_2$ anhídro en agua destilada exenta de nitrito, diluyéndose a 1000 ml; 1.00 ml = 0.050 mg de N. se preserva por la adición de 1 ml de cloroformo.

6.- Solución Patrón de nitrito de sodio. Se diluyen 10.0 ml de la solución madre de nitrito de sodio a 1 litro con agua destilada exenta de nitrito: 1.00 ml. = 0.0005 mg de N. Esta solución se puede preservar por la adición de 1 ml de cloroformo y almacenamiento en frasco estéril.

7.- Hidróxido de Aluminio. Se disuelven 125 g de alumbre de potasio ó de amonio, $K_2AL_2(SO_4)_4$ 24 H_2O ó $(NH_4)_2$ $Al_2(SO_4)_4$ ·24 H_2O en 1 litro de agua destilada. Se calienta a 60°C y se agregan - 55 ml de NH_4OH conc. lentamente y con agitación. Se deja que la

mezcla repose por 1 hora y se pasa a un recipiente de mayor capacidad para lavar el precipitado por adiciones (con mezclado adecuado) y decantaciones sucesivas, hasta que se encuentre exento de amoniaco, cloruro, nitrito y nitrato.

PROCEDIMIENTO

1.- Si la muestra contiene sólidos suspendidos ó color, se agregan 2 ml de la suspensión de hidróxido de aluminio a 100 ml de la muestra, se agita bien, se deja sedimentar por unos minutos y se filtra, desechándose las primeras porciones del filtrado. También se puede practicar la coagulación con sulfato de cinc e hidróxido.

2.- A una porción de 50 ml de la muestra clarificada, que se ha neutralizado a un pH de 7, ó a una porción alícuota diluída a 50.0 ml, se agrega 1 ml de reactivo de ácido sulfanílico y se mezcla bien; en este momento, el pH de la solución se debe encontrar alrededor de 1.4. Después de dejarse reposar por 3 a 10 minutos se agrega 1.0 ml de reactivo de clorhidrato de naftilamina y 1 ml de solución amortiguadora de acetato, mezclándose bien, en este momento, el pH de la solución se debe encontrar entre 2.0 y 2.5. Después de 10 a 30 minutos se mide el color púrpura rojizo.

3.- Las lecturas de transmitancia se deben verificar con un testigo de reactivo, y con frecuencia, se deben hacer comparaciones paralelas con patrones conocidos de nitrito, de preferencia en el ámbito de nitrógeno de las muestras. Con cada nuevo reactivo se deben redeterminar íntegras, las curvas de calibración.

4.- Para la comparación visual en tubos Nessler, se logra una serie adecuada de patrones diluyendo a 50 ml los siguientes volumenes de solución patrón de nitrito de sodio: 0.0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.7, 1.0, 1.4, 1.7, 2.0 y 2.5 ml.

CALCULO

$$\text{mg/l de N de nitrito} = \frac{\text{mg de N de nitrito} \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

mg/l de NO_3 = mg/l de N de nitrito x 3.29

OXIGENO CONSUMIDO EN MEDIO ACIDO

(MATERIA ORGANICA)

Las aguas naturales pueden contener materias orgánicas tales como aminoácidos, aminas, proteínas, hidratos de carbono, etc., que provienen del metabolismo vegetal o animal ó bien residuos de origen vegetal y animal. Como es díficil precisar el tipo de materia orgánica, se ha escogido un procedimiento arbitrario para determinarlo, el cual consiste en oxidarla con permanganato de potasio en medio ácido; se ha convenido que la cantidad de oxígeno consumido en medio ácido sea una medida de la cantidad de materia orgánica presente.

REACTIVOS

1.- Se prepara una solución 0.0125 N de permanganato de Potasio. Cada mililitro equivale a 100 microgramos de oxígeno disponible para la oxidación y se titula en la siguiente forma:

Se colocan 100 ml de agua destilada en un matraz de 250 ml de capacidad y se ponen durante 30 minutos a baño maría, después de haber agregado 10 ml de H_2SO_4 diluído y 10 ml de solución de

permanganato de Potasio, procurando que el nivel del baño sea - superior al del líquido en el matraz. Se añaden 10 ml de la solución de oxalato de Amonio: si hay materia orgánica, parte del permanganato de Potasio se consume en el matraz. Se añaden 10 - ml de la solución de oxalato de amonio, y si hay materia orgánica se consume en oxidarla entonces al agregar el oxalato de amonio queda un pequeño exceso, el cual se elimina agregando unas gotas de solución de permanganato hasta obtener un tinte rosado. Así se obtiene una solución libre de sustancias oxidables.

A la solución se vuelven a agregar 10 ml de oxalato de amonio y se neutralizan con la solución de permanganato, la cual debe -- ajustarse de tal manera que 1 ml de solución de permanganato de potasio ($KMnO_4$) sea equivalente a 1 ml de solución de oxalato - de amonio.

2.- Solución de Oxalato de Amonio 0.0125 N.

Se disuelven 0.888 gr de Oxalato de Amonio $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$ químicamente puro en un pequeño volumen de agua y se aforan a 1 litro con agua destilada, en donde 1 ml = 100 ug de oxígeno.

También se puede pesar 0.837 gr de oxalato de sodio $Na_2C_2O_4$ ó - 7.88 gr de ácido oxálico $(H_2C_2O_4) \cdot 2H_2O)$.

3.- Solución de ácido Sulfúrico (H_2SO_4) concentrado libre de material oxidable. Se mezcla un volumen de ácido sulfúrico concentrado y 3 volumenes de agua destilada agregando gota a gota solución de permanganato de Potasio ($KMnO_4$) hasta que persista la coloración rosada durante varias horas.

PROCEDIMIENTO

1.- En un matraz erlenmeyer de 250 ml de capacidad se colocan - 100 ml del agua problema.

2.- Se acidifica la muestra con 10 ml. de solución de H_2SO_4.

3.- Se añaden 10 ml de solución de $KMnO_4$.

4.- Se coloca el matraz en baño maría durante media hora.

5.- Se añaden 10 ml de solución de oxalato de amonio.

6.- Se titula el exceso de oxalato con solución de permanganato. La titulación debe efectuarse en caliente, hasta el tinte rosado permanente.

7.- Los mililitros leídos son equivalentes a mgr/lt.

S U L F A T O S

Los iones sulfato estan frecuentemente en las aguas naturales - debido al poder de disolución que tiene el agua sobre los minerales contenidos en la corteza terrestre. Su presencia puede - ser perjudicial debido a que puede formar incrustaciones en calderas, intercambiadores de calor y en equipos de enfriamiento.- El concreto en contacto con aguas de altas concentraciones de - sulfatos, se deteriora debido a ciertos cambios químicos que - forman cristales de sulfoaluminato y los cuales originan una expansión del material que destruye su textura. También son responsables en forma indirecta de problemas de olor y corrosión - en tuberías, fenómenos que estan relacionados con el manejo y - tratamiento de aguas residuales, originados por una reducción - química en condiciones anaerobias, tal como se muestra en la siguiente reacción:

$$SO_4 \xrightarrow[\text{Aerobias}]{\text{Condiciones}} H_2S \xrightarrow[\text{Aerobias}]{\text{Condiciones}} H_2SO_4$$

Desde el punto de vista sanitario, el exceso de sulfatos arriba de 250 mg/l en aguas para consumo humano, provocan efectos purgantes en las personas que lo ingieren, por tal razón se recomienda esta concentración como máximo.

La determinación de la concentración de sales de sulfato en - aguas de abastecimiento público y en aguas de proceso indus-- trial es muy importante porque nos da un indicio de la magnitud de los problemas que pueden surgir al ser reducidos los - sulfatos. En la digestión anaerobia de lodos y desechos industriales, los sulfatos se reducen a sulfuro de hidrógeno (H_2S) el cual se desprende junto con metano y dióxido de carbono.

Principio: El ión sulfato se precipita con cloruro de bario, en un medio de ácido clorhídrico, en condiciones que permitan la - formación de cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme.- Se mide la absorbancia de la suspensión de sulfato de bario por medio de un nefelómetro o un fotómetro de transmisión y se de-- termina la concentración de ión sulfato por comparación de la - lectura con la curva de calibración.

INTERFERENCIAS

Interfieren en este método el color y las substancias suspendidas, en grandes cantidades algo de materia en suspensión se puede eliminar por filtración. Si ambas son de poca consideración, en comparación con la concentración del ión sulfato. Se corrige como se indica posteriormente.

Interfiere la sílice en exceso de 500 mg/l, y en aguas con alto contenido de materia orgánica, puede no ser posible precipitar satisfactoriamente el sulfato de bario.

En las aguas comunes se presentan otros iones, distintos de los sulfatos, que formen compuestos insolubles con el bario, bajo - condiciones fuertemente ácidas. Las determinaciones se deben verificar a la temperatura ambiente, que puede variar dentro de - un ámbito de 10°C, sin inducir a un error apreciable.

Concentración mínima determinable 1 mg/l de sulfato.

APARATOS

1. AGITADOR MAGNETICO

Es conveniente incorporar un dispositivo regulador de tiempo al agitador magnético, para que opere exactamente por 1 min. La velicidad de agitación no debe variar en forma apreciable. Es también conveniente incorporar una serie de resistencias fijos al motor que opere el agitador magnético, para regular la velocidad de agitación. Si se usa más de un imán deben ser idénticos en forma y tamaño. No es crítica la velocidad exacta de agitación, aunque debe ser constante para cada serie de muestras y - patrones y se debe ajustar al máximo permisible para que no --

2 FOTOMETRO

Se necesita uno de los siguientes, de preferencia en el orden en que se mencionan.

a) Nefelómetro

b) Espectrofotometro, para usarse a 420 mu. con un trayecto de luz de 4 - 5 cm.

c) Fotómetro de filtro

Equipado con un filtro violeta que tenga su transmitancia máxima en la necesidad de 420 mu y tenga un trayecto de luz de 4 -5 cm.

3 CRONOMETRO

Si el agitador magnético no se encuentra equipado con un regulador de tiempo adecuado.

4 CUCHARILLA DE MEDICION, con capacidad de 0.2 a 0.3 ml.

REACTIVOS

1. Solución Acondicionadora.

Se mezclan 50 ml de glicerina con una solución que contenga 30 ml de HCl conc, 300 ml de agua destilada, 100 ml de alcohol -

:ílico o isopropílico al 95% y 75 g de cloruro de sodio.

. Cloruro de Bario, en cristales, 20-30 mallas, calidad ACS.

. Solución Patrón de Sulfato. Se prepara una solución patrón de ácido sulfúrico 1.00 ml = 0.10 mg de SO_4 . Se puede obtener esta solución diluyendo 10.41 ml de la solución valorada de $H_2 SO_4$ 0.0200 N, que se especifica para la alcalinidad,- un volumen de 100 ml con agua destilada.

PROCEDIMIENTO

) En un matraz erlenmeyer de 250 ml, se miden 100 ml. de la - muestra, ó una porción alícuota adecuada diluida a 100 ml. Se agregan exactamente, 500 ml de la solución acondicionadora y se mezcla en el aparato de agitación. Mientras se mantiene en agitación se agrega una cucharilla de cristales de cloruro de bario, y a partir de este instante, se cuenta el tiempo, agitándose exactamente por 1 min. a velocidad constante.

) Inmediatamente después de que termine el período de agitación, se vierte parte de la solución en la celda del fotómetro y se mide su turbiedad, a intervalos de 30 seg. durante

4 minutos. Generalmente se obtiene la turbiedad máxima dentro de los 2 minutos, y a partir de entonces, las lecturas se mantienen constantes por 3-10 minutos. Se considera como turbiedad la correspondiente a la lectura máxima en el período de 4 min.

e) Se estima la concentración del sulfato en la muestra, comparando la lectura de turbiedad con una curva de calibración obtenida por el mismo procedimiento con las soluciones patrones de sulfato.

Una gama apropiada de patrones es de 0 a 40 mg/l, del ión sulfato, en incremento de 5 mg/l. Arriba de 40 mg/l disminuye la exactitud del método y las suspensiones del sulfato de bario pierden su estabilidad.

d) Se debe practicar una corrección por la turbiedad aparente de las muestras, llevando testigos a los que no se agrega el cloruro de bario. Se deben comprobar las condiciones de estabilidad, llevando una muestra patrón con cada 3 ó 4 muestras desconocidas.

CALCULO

$$\text{mg/l de } SO_4 = \frac{\text{mg de } SO_4 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

ANALISIS BACTERIOLOGICO DE AGUA

GENERALIDADES

Este análisis se lleva a cabo para determinar la Calidad Sanitaria y la aceptación para uso general del agua, y nos indica el grado de Contaminación del agua con desechos de fuentes humanas o animales.

Tradicionalmente el grupo coliforme de bacterias es un indicador de contaminación. Este grupo de Bacterias es el principal indicador del posible aprovechamiento de un agua en particular para uso doméstico, dietético u otros. Se identifican usualmente 2 tipos de Bacterias: Coliformes Totales y Coliformes Fecales.

La técnica de Filtro de Membrana incluye una forma directa para la detección y estimación de densidad de Coliformes.

La norma Standard para la calidad del Agua Potable establece que el número máximo de organismos permisibles es de 2 Col/100 ml de muestra en coliformes totales, y 0 Col/100 ml de muestra para coliformes fecales.

Es importante examinar muestras repetitivas de un punto designado.

EQUIPO Y MATERIALES

2 Incubadoras

A 37.5°C para C.T.

A 44.5°C para C.F.

1 Estufa

1 Autoclave

1 Cuenta colonias

1 Filtro hidrosol de acero inoxidable.

1 bomba de vacío

Pinzas

Cajas de Petri

Membranas

Material de cristalería

Baño María

Medios de cultivo

a) Frascos de muestreo

Se usan frascos de vidrio u otro material resistente a la acción solvente del agua, capaces de ser esterilizados, pueden ser de cualquier forma para llevar a cabo el muestreo bacteriológico.

Los frascos deberán sostener un volumen suficiente de muestra para las pruebas requeridas, permitir el lavado de los mismos y mantener las muestras sin contaminar hasta su análisis completo.

Se recomiendan frascos de vidrio ámbar con tapón esmerilado, de preferencia de boca ancha y de vidrio resistente. Para evitar que se rompan en el trayecto al laboratorio se recomiendan botellas de plástico de tamaño adaptable, boca ancha y hechos de materiales no tóxicos.

Pueden usarse tapones de rosca de metal o de plástico, siempre y cuando no se formen compuestos volátiles durante la esterilización, y que no produzcan compuestos tóxicos o bacteriostáticos (algunos son desechables).

Antes de esterizarlos se debe cubrir la parte superior del frasco con capuchones de papel aluminio, papel etc.

b) Lavado y esterilización.

Los frascos deberán lavarse con detergente y agua caliente, enjuagar varias veces con agua caliente para remover las trazas de agua residual, y finalmente enjuagar con agua destilada, secar, agregar, Tiosulfato de Sodio en una concentración aproximada de 100 mg/l y esterilizar por no menos de 2 horas a 170°C; los frascos de vidrio se esterilizarán en estufa.

Los frascos de plástico deberán esterilizarse en autoclave por 15 minutos a 121 °C.

c) Preparación de medios:

Coliformes Totales:

Para la determinación de coliformes totales se usa el Medio M-Endo MF Broth.

Todos los organismos que producen una colonia con un brillo metálico en este medio dentro de 24 horas de incubación se consideran miembros del grupo coliforme.

El medio se prepara de la siguiente manera:

1.- Pesar 4.8 g de medio dehidratado M-Endo.

2.- Adicionar 2 ml de alcohol etílico al 95% a 100 ml de H_2O - destilada, agregar el medio y mezclar.

3.- Colocar el matraz cubierto en baño maría o directamente en una parrilla.

4.- Calentar el medio de 3 a 5 minutos, llevando al punto de - ebullición, pero no dejar hervir.

5.- Mezclar y enfriar a 45°C. Ajustar el pH a 7.1 - 7.3 con - - NaOH 1N.

6.- El medio sobrante puede ser refrigerado de 2-10°C por 96 --

Coliformes Fecales

La prueba de coliformes Fecales se lleva a cabo usando el medio M-FC. Se identificarán como C.F. todas aquellas que desarrollen en este medio una colonia azul.

El medio se prepara de la siguiente manera:

1.- Pesar 3.7 g de Medio de hidratodo MF-C y adicionarlo a 100 ml de H_2O destilada.

2.- Pesar 1 gramo de Ac. Rosólico y añadirlo a 100 ml de NaOH 0.3 N. (Ac. Rosólico a 1%).

3.- Tomar 1 ml de Ac. Rosólico y pasarlo al matraz con medio.

4.- Calentar el medio al punto de ebullición, mezclar y enfriar a 45°C.

5.- El pH final deberá ser 7.4

6.- El medio sobrante puede ser refrigerado de 2 a 10°C por 96 hrs. máximo.

NOTA: Estos medios pueden ser solidificados por la adición de 1.2 a 1.5% de agar.

d) Preparación de las cajas Petri.

1.- Abrir la caja petri estéril manualmente cerca de la flama ó

área estéril.

2. Colocar el cojinete
3. Agregar 2 ml del medio a cada caja y cerrarla.
4. Mantenerlas en refrigeración antes de usarse.

Toma de Muestras.

a) Frascos

Las muestras para análisis bacteriológico deben ser colectadas en frascos que han sido: lavados, enjuagados y estérilizados - como se indicó en lavado y esterilización.

b) Declorinación:

Un agente declorinador como es el tiosulfato de sodio, deberá ser añadido a los frascos para la colección de muestras de agua que contengan cloro residual. El tiosulfato añadido neutralizará al instante la presencia del cloro residual, aprox. 15 mg. - de cloro residual por litro, previniendo la acción bactericida durante el tiempo de transporte hacia el laboratorio. El análisis bacteriológico indicará así el contenido verdadero de bac-- terias del agua al tiempo de muestreo.

Las muestras de agua altas con cobre o zinc y muestras de aguas

de desecho altas en metales pesados, deberán colectarse en frascos de muestreo conteniendo un agente quelante que reducirá la toxicidad del metal.

Esto es significante cuando tales muestras tardan en transportarse 24 hrs. ó más.

Un agente satisfactoriamente quelante es el Ac. Etilendiaminotetraacético (EDTA) en una conc. de 372 mg/l que puede agregarse antes de la esterilización o puede ser combinado con la sol. de tiosulfato de sodio.

c) Procedimiento de muestreo.

Cuando la muestra es colectada, dejar un amplio espacio de aire en el frasco de al menos 2.5 cm ó 1 pulgada para facilitar el mezclado de la muestra por agitación antes de la siembra.

Se debe tener cuidado de tomar muestras que sean representativas para el análisis y evitar contaminación de la muestra al tiempo de colección o en el periodo antes de la examinación.

Los frascos de muestras se mantendrán cerrados hasta el momento de ser llenados. Remover el tapón ysostener con la capucha como una unidad, teniendo cuidado de no permitir contaminación. Durante la toma de muestra no tocar con las manos el tapón o la boca de la botella y protegerlas de contaminación.

Sostener la botella cerca de la base llenarla y colocar el ta--pón inmediatamente.

Si la muestra de agua a tomar es de un sistema de distribución no deberá tomarse de cisterna o tanque de almacenamiento.

Los pasos a seguir serán:

1.- Verificar la presencia de Cloro residual y cuantificar en -toma.

2. La llave se flamea con un mechero de alcohol para esterilizarla y evitar resultados erróneos por posible contaminación de ésta.

3. Inmediatamente se purga la línea dejando que el agua fluya unos minutos.

4. El agua se recibe en el frasco estéril con capuchón de aluminio para proteger la tapa del frasco, pues al tomar la muestra se debe evitar que el cuello a tapón del frasco tenga -contacto con la piel o cualquier otra cosa.

5. Al muestrear se debe llenar el frasco a 3/4 partes de su capacidad, pues una cantidad mayor disminuiría el espacio de aire necesario para homogenizar la muestra y preservar las condiciones microbiológicas reales.

6. El examen de la muestra colectada debe realizarse lo más - pronto posible para evitar las proliferación bacteriana.

7. Durante el transporte, la muestra deberá conservarse a temperaturas entre 0 y 10°C.

8. Para evitar la acción bactericida del cloro residual se usa tiosulfato de sodio, antes de la esterilización en una, - - conc. de 100 mg/l (0.1 ml de solución de tiosulfato de so-- dio al 10%) ó EDTA.

9. La muestra se etiqueta debidamente con los datos respectivos de la toma.

En colecciones de muestras directamente de un río, arroyo, lago, manantial, etc. el fin debe ser obtener una muestra representativa del agua que será la fuente de consumo o abastecimiento, y -- por consiguiente es indeseable tomar muestras cerca de aguas estancadas o en los puntos de las orillas.

La localización de los sitios de muestreo y la frecuencia son -- factores críticos en la obtención de información confiable acerca de una contaminación bacteriana en cualquier cuerpo de agua.

Para estudios más extensivos deberán ser determinados la fuente y la extensión de la contaminación, y serán más representativas

las muestras tomando en consideración el sitio, el método y el tiempo de muestreo.

Las muestras deberán ser colectados a 1/4, 1/2 ó 3/4 de lo ancho del lugar dependiendo de los objetivos.

Las muestras de aguas de playas deberán ser colectadas en áreas recreativas, de acuerdo a la afluencia de visitantes en las diferentes épocas del año.

En ríos, arroyos y lagos se debe tomar la muestra sumergiendo el frasco con la boca hacia la corriente.

Existen aparatos para tomar muestras como el llamado Z ó Bell - J - Z, sampler, sobre todo para lugares profundos en muestreos en lancha.

Si se va a tomar muestra de un Pozo y hay bomba de mano, se debe bombear el agua por 5 minutos antes de colectar la muestra.

Si el Pozo está equipado con bomba mecánica la muestra se tomará de una llave de descarga, dejando correr unos minutos el agua.

NOTA: Cuando la investigación sobre la calidad bacteriológica de un agua involucra una Población, es necesario determinar -

Las fuentes de abastecimiento y la magnitud del Sistema de Distribución establecido, para esto será necesario conocer el monto de la Población servida para así determinar el número de muestras que proporcionen la representabilidad del estado de su Sistema de Abastecimiento (Red, Pozos, Tanques, Galerías, Filtrantes etc.)

TAMAÑO DE LA MUESTRA

El volumen de la muestra deberá ser suficiente para llevar a cabo todas las pruebas requeridas, de preferencia no menos de 100 ml de H_2O para análisis de muestras bacteriológicas.

IDENTIFICACION DE MUESTRAS

Todas las muestras deberán ser acompañadas de una identificación completa y adecuada de datos descriptivos. Las muestras que no son identificadas no serán aceptadas para análisis.

PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO

El examen bacteriológico de una muestra de agua deberá iniciarse

inmediatamente después de la colección para no permitir cambios.

Si las muestras no pueden ser procesadas 1 hora después de la - colección, debe usarse hielo durante el transporte al laboratorio a 10°C aproximadamente en un tiempo no mayor de 6 horas.

FILTRACION E INCUBACION

Después de haber colectado las muestras se lleva a cabo el método del filtro de membrana.

De acuerdo al origen de las muestras se toma una alicuota adecuada.

Los pasos a seguir son los siguientes:

1.- Colocar la membrana cuidadosamente con unas pinzas estériles y en seguida el hidrosol también estéril.

2. Agitar la muestra vigorosamente por varios segundos.

3. Quitar el tapón, flamear ligeramente la boca del frasco y - medir la muestra en una probeta estéril y pasarla a través del hidrosol. (generalmente 100 ml en H_2O no muy contaminada).

4. Usar una Bomba de Vacío para filtrar el agua quedando así - las bacterias atrapadas en la membrana.

5. Lavar las paredes del hidrosol con aproximadamente 30 ml de Buffer de Fosfatos estéril.

6. Quitar el hidrosol y tomar con las pinzas estériles la membrana para sembrarla en la caja, que ya contiene los medios mencionados anteriormente.

7. Incubar las cajas para determinación de coliformes totales por 22 a 24 horas a 35°C ± 0.5°C y para coliformes Fecales - por 24 - 48 horas a 44.5°C ± 0.2°C. Las cajas petri deberán colocarse invertidas durante la incubación.

Este procedimiento es aplicable tanto a la determinación de Coliformes Totales como de Coliformes Fecales:

IDENTIFICACION Y CONTEO

Después del tiempo de incubación examinar las colonias de la membrana que aparezcan con brillo metálico para la identificación de Coliformes Totales. El brillo puede cubrir la colonia totalmente o solamente aparecer en el centro o en la periferia.

En la identificación de Coliformes Fecales contar las colonias que aparezcan con un color azul.

Informar el número de Coliformes por litro que se obtiene de la cuenta de Colonias obtenida de la alicuota sembrada.

BIBLIOGRAFIA

1 METODOS ESTANDAR PARA EXAMEN DE AGUAS Y AGUAS DE DESECHO (APHA.AWWA. WPCF), 11a. y 13a. Edición.

2 CHEMISTRY FOR SANITARY ENGINEERS. Mc Graw Hill Series in Sanitary Sciencie and Water Resources Engineering (SAWYER and Mc Carty) Second Edition.

3 ANALISIS CUALITATIVO (JUAREZ Y ROCHIN) 3a. Edición.

BIBLIOGRAFIA

1 METODOS ESTANDAR PARA EXAMEN DE AGUAS Y AGUAS DE DESECHO (APHA.AWWA. WPCF), 11a. y 13a. Edición.

2 CHEMISTRY FOR SANITARY ENGINEERS. Mc Graw Hill Series in Sanitary Sciencie and Water Resources Engineering (SAWYER and Mc Carty) Second Edition.

3 ANALISIS CUALITATIVO (JUAREZ Y ROCHIN) 3a. Edición.

628.161 M495-12
INE-SEMARNAT

1309404
Manual de analisis de agua potable